

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 617 609**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

A61K 8/44 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.07.2012 PCT/EP2012/002931**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.01.2013 WO13010650**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.07.2012 E 12737207 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.10.2016 EP 2731929**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de acil-glicinatos y composiciones que contienen tales compuestos**

30 Prioridad:

15.07.2011 DE 102011107503

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

19.06.2017

73 Titular/es:

**CLARIANT INTERNATIONAL LTD (100.0%)
Rothausstrasse 61
4132 Muttenz, CH**

72 Inventor/es:

**KLUG, PETER y
SCHERL, FRANZ-XAVER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 617 609 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de acil-glicinatos y composiciones que contienen tales compuestos

El invento se refiere a un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos, a unas composiciones que contienen acil-glicinatos, así como a su utilización para la producción de preparados cosméticos o como agente tensioactivo en preparados cosméticos.

Los acil-glicinatos, tales como p.ej. unos cocoíl-glicinatos con Na^+ o K^+ como iones de signo contrario, son unos agentes tensioactivos especialmente apreciados en la ciencia cosmética para recetas de limpieza de la cara en Asia en productos para limpieza de la piel. Los agentes tensioactivos, particularmente el cocoíl-glicinato de sodio y el cocoíl-glicinato de potasio forman espuma excelentemente en una solución ligeramente alcalina y generan en la piel una agradable sensación no aceitosa.

Al contrario que los correspondientes derivados de N-metil-glicina, que se denominan sarcosinatos, los glicinatos tienen sin embargo unas problemáticas propiedades. Tal como se describe en el documento de patente japonesa JP 8053693 (de Ajinomoto), se pueden obtener unos acil-glicinatos en el seno de agua, sin disolventes adicionales, ciertamente en unas purzas situadas escasamente por encima de 90 %, pero en el caso de la reacción de Schotten-Baumann forman unas soluciones de reacción muy altamente viscosas. El mencionado documento JP 8053693 propone, en el caso de la preparación de acil-glicinatos, la adición de unos alcoholes tales como isopropanol, isobutanol o terc.-butanol.

Este modo de proceder, sin embargo, a causa del olor de los alcoholes, no es ventajoso, por lo que los alcoholes son eliminados de nuevo desde la mezcla de reacción también después de haber acidificado y separado las fases, y el deseado alcanoil-glicinato se obtiene, después de una neutralización, en la mayor parte de los casos, como una calidad pobre en sales. Este procedimiento es costoso y provoca unas aguas residuales que contienen sal común, que deben de ser desechadas.

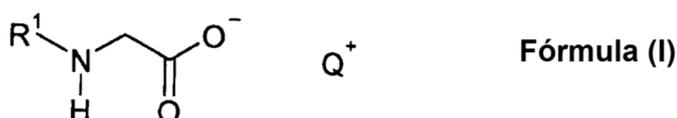
El documento de solicitud de patente internacional WO 2009/065530 (de Clariant) describe un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos de la Fórmula $\text{R}^1\text{-NH-CH}_2\text{-COO}^+\text{X}^-$ en la que R^1 representa un grupo alcanoil saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoil insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30 átomos de carbono, y Q^+ representa un catión seleccionado entre el conjunto de los metales alcalinos Li^+ , Na^+ y K^+ , siendo hecha reaccionar la glicina con un cloruro de ácido graso R^1Cl a 30 hasta 35 °C en el seno de agua y en presencia de un compuesto alcalino de carácter básico, que suministra unos cationes Q^+ seleccionados entre Li^+ , Na^+ y K^+ , pero en ausencia de disolventes orgánicos, y la proporción de un cloruro de ácido graso R^1Cl que contiene grupos acilo R^1 con 18 o más átomos de carbono, es más pequeña que 2,0 % en peso, referida a la cantidad total del cloruro de ácido graso empleado. Por lo demás, en el mencionado documento WO 2009/065530 se describen también determinadas composiciones, que contienen unos acil-glicinatos especiales y agua, pero no contienen disolventes orgánicos de ningún tipo, así como su utilización para la producción de preparados cosméticos o como un agente tensioactivo en preparados cosméticos. Una desventaja del procedimiento descrito en ese documento WO 2009/065530 reside no obstante en el hecho de que no encuentran utilización ningunas baratas fracciones de cadenas de ácidos grasos normales y por lo tanto existen todavía posibilidades económicas de mejoría. Además de ello, el comportamiento de formación de espuma de los resultantes agentes tensioactivos o respectivamente de las resultantes composiciones es todavía digno de mejoría adicional, en particular las alturas totales de espuma conseguibles.

El documento WO 02/057217 (de Cognis) divulga un procedimiento para la preparación de acil-aminoácidos, en el que dentro de un reactor se dispone previamente una mezcla de por lo menos un aminoácido o una de sus sales y de una fuente de álcalis, y esta mezcla se reúne en un elemento mezclador con unos halogenuros de ácidos grasos de la Fórmula R^1COX , en la que R^1 representa un radical alquilo o alquenoil con 6 hasta 22 átomos de carbono y X representa cloro, bromo o yodo, se divulgan igualmente los productos resultantes a partir de ello, así como su utilización en productos cosméticos y en agentes de lavado, enjuague y limpieza. En los ejemplos de acuerdo con las enseñanzas del mencionado documento WO 02/057217, la preparación se lleva a cabo en presencia de unos disolventes orgánicos.

Subsistía por lo tanto la misión de poner a disposición un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos o respectivamente para la producción de unas composiciones que contengan acil-glicinatos, el cual no ha de presentar las desventajas más arriba mencionadas o por lo menos las ha de atenuar y particularmente ha de presentar la ventaja de que él se pueda efectuar sin el empleo de disolventes orgánicos mediando utilización de fracciones de cadenas de los componentes ácidos grasos y proporcione unos acil-glicinatos con una alta pureza y con una ventajosa capacidad de formación de espuma, tal como p.ej. unas ventajosas alturas totales de espuma conseguibles. El procedimiento debería hacer posible también la producción directa de unas composiciones con un alto contenido activo de acil-glicinatos y con bajas viscosidades.

Por lo demás, fue también una misión la de poner a disposición unas correspondientes composiciones que contengan acil-glicinatos. Estas composiciones deberían tener por ejemplo las siguientes ventajas. Ellas deberían contener el acil-glicinato en una alta pureza, poseer una ventajosa capacidad de formación de espuma y particularmente hacer posibles unas ventajosas alturas totales de espuma conseguibles. Las composiciones deberían poseer bajas viscosidades y al mismo tiempo habrían de contener el acil-glicinato con un alto contenido activo. Además de ello, no deberían contener ningún disolvente orgánico. También debería ser posible preparar los acil-glicinatos contenidos en las composiciones o producir las composiciones propiamente dichas con unas fracciones de cadenas de los componentes ácidos grasos, que sean baratas y de fácil venta.

Sorprendentemente, se encontró que el problema planteado por esta misión se resuelve cuando los acil-glicinatos de la Fórmula (I)



en la que

R¹ representa un grupo alcanoílo saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoílo insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, y

Q⁺ representa un catión seleccionado entre los cationes de metales alcalinos Na⁺ y K⁺ y preferiblemente representa Na⁺,

se preparan por reacción de glicina con un cloruro de ácido graso R¹Cl, poseyendo R¹ el significado indicado en la Fórmula (I), y representando un grupo acilo con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, realizándose que

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₈ saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₀ saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₂ es de 44,0 - 50,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₄ es de 14,0 - 20,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₆ es de 8,0 - 10,0 % en peso,

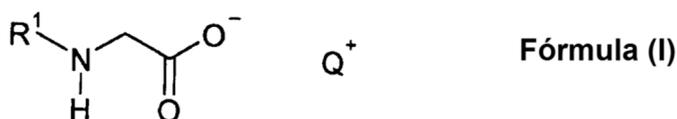
la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₈ saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₈ insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso,

en cada caso referidas a la cantidad total del cloruro de ácido graso que se emplea,

en el seno de agua y en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico que suministra unos cationes Q⁺ seleccionados entre Na⁺ y K⁺ y preferiblemente Na⁺ pero en ausencia de disolventes orgánicos, a una temperatura de 25 - 50 °C, preferiblemente a una temperatura de 30 - 40 °C.

Es objeto del invento, por lo tanto, un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos de la Fórmula (I)



en la que

R¹ representa un grupo alcanoílo saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoílo insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, y

Q⁺ representa un catión seleccionado entre los cationes de metales alcalinos Na⁺ y K⁺ y preferiblemente representa Na⁺,

caracterizado porque se hace reaccionar glicina con un cloruro de ácido graso R¹Cl, poseyendo R¹ el significado indicado en la Fórmula (I), y representando un grupo acilo con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, realizándose que

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₈ saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₀ saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₂ es de 44,0 - 50,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₄ es de 14,0 - 20,0 % en peso,

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{16} es de 8,0 - 10,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso,

5 en el seno de agua y en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico que suministra unos cationes Q^+ seleccionados entre Na^+ y K^+ y preferiblemente Na^+ , pero en ausencia de disolventes orgánicos, a 25 - 50 °C, preferiblemente a 30 - 40 °C.

10 En el marco del presente invento los grupos alcanóilo R^1 saturados, lineales o ramificados, de la Fórmula (I), y los grupos alquenoóilo saturados una vez o múltiples veces, lineales o ramificados, de la Fórmula (I) se designan en común también como "grupos acilo".

Mediante el procedimiento conforme al invento se obtienen unas composiciones, que a 40 °C se presentan como composiciones monofásicas y por lo tanto son idóneas para un transporte rentable.

15 Los cloruros de ácidos grasos utilizados en el procedimiento conforme al invento se pueden obtener de acuerdo con unos métodos conocidos por un experto, p.ej. por cloración de ácidos grasos, tales como p.ej. ácidos grasos de coco usuales en el comercio, mediante tricloruro de fósforo, cloruro de tionilo o fosgeno.

Como compuestos de metales alcalinos de carácter básico se emplean preferiblemente carbonatos o hidróxidos de los cationes de metales alcalinos Na^+ o K^+ , es decir Na_2CO_3 , $NaOH$, K_2CO_3 o KOH , o sus mezclas. Se prefieren especialmente Na_2CO_3 o $NaOH$ o sus mezclas y se prefiere particularmente $NaOH$.

20 El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo preferiblemente a un valor del pH de 9 hasta 13, de manera especialmente preferida de 12 hasta 13.

25 De modo adicionalmente preferido, el procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de tal manera que la glicina y el cloruro de ácido graso R^1Cl se emplean en unas cantidades aproximadamente equimolares. De manera especialmente preferida, el cloruro de ácido graso R^1Cl se emplea, referido a la glicina, en una cantidad equimolar o en un ligero defecto. La relación molar de la glicina al cloruro de ácido graso R^1Cl es, de manera particularmente preferida, de 1,1 : 1,0 hasta 1,0 : 1,0, y de manera extraordinariamente preferida, de 1,05 : 1,0 hasta 1,0 : 1,0.

30 Por lo demás, en el procedimiento conforme al invento se emplean unos cloruros de ácidos grasos R^1Cl , en los que R^1 representa un grupo acilo con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de modo especialmente preferido con 8 hasta 18 átomos de carbono, realizándose que

35 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_8 saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{10} saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{12} es de 44,0 - 50,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{14} es de 14,0 - 20,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{16} es de 8,0 - 10,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso, en cada caso referidas a la cantidad total del cloruro de ácido graso que se emplea. Preferiblemente, esta reacción tiene lugar en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, que proporciona cationes de Na^+ . En el caso de los compuestos de metales alcalinos de carácter básico se trata en tal caso preferiblemente de Na_2CO_3 o $NaOH$ o de sus mezclas y de manera especialmente preferida de $NaOH$.

Los cloruros de ácidos grasos son preferiblemente lineales.

Los cloruros de ácidos grasos con 12, 14 y 16 átomos de carbono son preferiblemente saturados.

45 De manera preferida la proporción del cloruro de ácido graso con 8 hasta 18 átomos de carbono, referida a la cantidad total de cloruro de ácido graso que se emplea, es de 95 % en peso o mayor y de manera especialmente preferida de 96,5 % en peso o mayor.

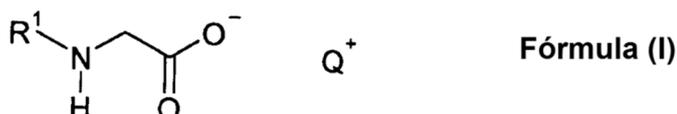
De modo más aun preferido, en el procedimiento conforme al invento se convierten químicamente unos cloruros de cocoóilo, correspondiendo la fracción de cocoóilo a un ácido graso de coco natural.

50 El procedimiento conforme al invento se realiza preferiblemente de manera tal que se dispone previamente glicina en agua en presencia del compuesto de metal alcalino de carácter básico y se añade el cloruro de ácido graso a 25 hasta 50 °C y de manera preferida a 30 hasta 40 °C. La adición del cloruro de ácido graso se efectúa en tal caso de manera preferida lentamente mediando agitación.

Mediante el procedimiento conforme al invento se pueden preparar unas soluciones de glicinatos que contienen sales, concentradas en un alto grado, con un bajo contenido de productos secundarios (tales como por ejemplo una sal de ácido graso), que son monofásicas a 40 °C y tienen una baja viscosidad y correspondientemente son sencillos de manipular y además de ello son baratos, puesto que no se tiene que llevar a cabo ninguna etapa de separación. Además de ello, en tal caso no se necesita ningún disolvente orgánico para la reacción, que debe de ser separado de nuevo y eventualmente desechado.

Otro objeto del invento son, por lo tanto, unas composiciones que contienen:

a) uno o varios acil-glicinatos de la Fórmula (I)



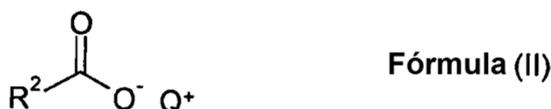
en la que
 R^1 representa un grupo alcanoilo saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoilo insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, preferiblemente con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, y
 Q^+ representa un catión seleccionado entre los cationes de metales alcalinos Na^+ y K^+ y preferiblemente representa Na^+ ,

en unas proporciones de 21,0 – 28,0 % en peso y preferiblemente en unas proporciones de 23,0 – 27,0 % en peso, referidas a la composición total,

y realizándose en el uno o los varios acil-glicinato(s) de la Fórmula (I) que
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_8 saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso,
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{10} saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso,
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{12} es de 44,0 - 50,0 % en peso,
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{14} es de 14,0 - 20,0 % en peso,
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{16} es de 8,0 - 10,0 % en peso,
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y
 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso,
 y estando referidas las proporciones mencionadas a la cantidad total de los grupos acilo contenidos en el uno o los varios acil-glicinato(s), pero no calculándose sobre la base de los grupos acilo propiamente dichos, sino sobre la base de los cloruros de ácidos grasos que corresponden a los grupos acilo,

b) una o varias sustancias Q^+Cl^- , en las que Q^+ tiene el significado de Q^+ de la Fórmula (I), en unas proporciones mayores que o iguales a 1,0 % en peso, preferiblemente en unas proporciones de 1,0 hasta 8,0 % en peso, de manera especialmente preferida en unas proporciones de 2,0 hasta 7,0 % en peso y de manera particularmente preferida en unas proporciones de 4,0 hasta 6,0 % en peso, referidas a la composición total,

c) una o varias sales de ácidos grasos de la Fórmula (II)



en la que
 R^2CO tiene el significado de R^1 de la Fórmula (I) y
 Q^+ tiene el significado de Q^+ de la Fórmula (I)

en unas proporciones menores que o iguales a 3,0 % en peso, preferiblemente en unas proporciones de 0,01 hasta 2,0 % en peso, de manera especialmente preferida en unas proporciones de 0,1 hasta 2,0 % en peso y de manera particularmente preferida en unas proporciones de 0,1 hasta 1,5 % en peso, referidas a la composición total, y

d) agua,

e) pero no contienen ningún disolvente orgánico.

Las composiciones conformes al invento hacen posibles unas ventajosas alturas totales de espuma conseguibles y además de ello unas buenas estabilidades de las espumas.

5 Las composiciones conformes al invento contienen como componente a) uno o varios acil-glicinatos de la Fórmula (I) en la que R^1 representa un grupo acilo con 6 hasta 30, de manera preferida con 8 hasta 22 y de manera especialmente preferida con 8 hasta 18 átomos de carbono, y Q^+ representa un catión seleccionado entre Na^+ y K^+ y preferiblemente representa Na^+ , en unas proporciones de 21,0 - 28,0 % en peso y preferiblemente en unas proporciones de 23,0 - 27,0 % en peso, referidas a la composición total, en unas proporciones de 21,0 - 28,0 % en peso y preferiblemente en unas proporciones de 23,0 - 27,0 % en peso, referidas a la composición total, y realizándose en el uno o los varios glicinato(s) de la Fórmula (I) que

10 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_8 saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{10} saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{12} es de 44,0 - 50,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{14} es de 14,0 - 20,0 % en peso,

15 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{16} es de 8,0 - 10,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso, y estando referidas las proporciones mencionadas a la cantidad total de los grupos acilo contenidos en el uno o los varios acil-glicinato(s), pero no calculándose sobre la base de los grupos acilo propiamente dichos, sino sobre la

20 base de los cloruros de ácidos grasos que corresponden a los grupos acilo,

Los grupos acilo en el uno o los varios acil-glicinato(s) de la Fórmula (I) son preferiblemente lineales.

En el uno o los varios acil-glicinato(s) de la Fórmula (I) los grupos acilo con 12, 14 y 16 átomos de carbono son preferiblemente saturados.

25 Preferiblemente, en el uno o los varios acil-glicinato(s) de la Fórmula (I) la proporción de grupos acilo con 8 hasta 18 átomos de carbono es de 95 % en peso o mayor y de manera especialmente preferida es de 96,5 % en peso o mayor, estando referidas las mencionadas proporciones a la cantidad total de los grupos acilo contenidos en el uno o los varios acil-glicinatos, pero no calculándose sobre la base de los grupos acilo propiamente dichos, sino sobre la base de los cloruros de ácidos grasos que corresponden a los grupos acilo.

30 Son además preferidas unas composiciones que contienen un cocoil-glicinato de sodio, correspondiendo la fracción de cocoílo a un ácido graso de coco natural.

Q^+Cl^- se designa en el marco de la presente solicitud también como QCl, p.ej. Na^+Cl^- se designa como NaCl.

En los compuestos de las Fórmulas (I) y (II) así como en Q^+Cl^- , Q^+ se selecciona entre Na^+ y K^+ , y preferiblemente Q^+ representa Na^+

35 Las composiciones conformes al invento contienen la una o las varias sustancias Q^+Cl^- en unas proporciones mayores o iguales que 1,0 % en peso, de manera preferida en unas proporciones de 1,0 a 8,0 % en peso, de manera especialmente preferida en unas proporciones de 2,0 a 7,0 % en peso y de manera particularmente preferida en unas proporciones de 4,0 a 6,0 % en peso, referidas a la composición total. Esto es muy ventajoso, p.ej. para usos cosméticos, puesto que puede suprimirse una adición por separado de Q^+Cl^- como agente regulador de la viscosidad en las formulaciones cosméticas finales producidas con ayuda de las composiciones conformes al

40 invento.

Las composiciones conformes al invento se pueden utilizar por consiguiente por ejemplo de manera ventajosa para usos cosméticos y para la producción de preparados cosméticos.

45 Las composiciones conformes al invento contienen la una o las varias sal(es) de ácidos grasos de la Fórmula (II) en unas proporciones menores que o iguales a 3,0 % en peso, de manera preferida en unas proporciones de 0,01 a 2,0 % en peso, de manera especialmente preferida en unas proporciones de 0,1 a 2,0 % en peso y de manera particularmente preferida en unas proporciones de 0,1 a 1,5 % en peso, referidas a la composición total.

Otra ventaja de las composiciones conformes al invento reside en que éstas contienen solamente pequeñas cantidades de una sal de ácido graso de la Fórmula (II) y de este modo contienen unos acil-glicinatos de la Fórmula (I) con una alta pureza.

50 Preferiblemente, la pureza de los acil-glicinatos de la Fórmula (I), contenidos en las composiciones conformes al invento, y preferiblemente de los cocoil-glicinatos de sodio es de 90 % o mayor y preferiblemente de 92 % o mayor.

Esta pureza está referida a la suma de la sal de ácido graso de la Fórmula (II) y del acil-glicinato de la Fórmula (I). Ella se calcula de acuerdo con la fórmula "pureza de los acil-glicinatos = [cantidad de acil-glicinato : (cantidad de acil-glicinato + cantidad de sal de ácido graso)]".

Las composiciones conformes al invento son líquidas a 40 °C y monofásicas.

- 5 Es muy ventajosa también la pequeña viscosidad relativa y por consiguiente una sencilla manipulación de las composiciones conformes al invento.

Preferiblemente, las composiciones conformes al invento tienen a 40 °C unas viscosidades menores que 5.000 mPa·s, de manera especialmente preferida de 50 a 2.000 mPa·s y de manera particularmente preferida de 80 a 500 mPa·s.

- 10 En el caso del aparato utilizado para la determinación de la viscosidad se trata de un rotámetro de la entidad Thermo Haake (Viskotester 550). Como husillo se utilizó el MV-DIN (a 45,3 revoluciones / minuto).

Las composiciones conformes al invento no contienen ningún disolvente orgánico, tal como por ejemplo alcoholes inferiores, dioles u otros disolventes orgánicos.

- 15 En una forma de realización del invento especialmente preferida, las composiciones conformes al invento se componen a base de los componentes a), b), c) y d).

En otra forma de realización del invento especialmente preferida, las composiciones conformes al invento se componen a base de los componentes a), b), c), d) y $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COO}^- \text{Q}^+$, representando Q^+ un catión seleccionado entre Na^+ y K^+ y preferiblemente representa Na^+ . En estas composiciones conformes al invento, el compuesto $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COO}^- \text{Q}^+$, referido a la composición total conforme al invento, está contenido preferiblemente en una proporción de 0,01 a 2,0 % en peso y de manera especialmente preferida de 0,05 a 1,5 % en peso.

- 20 Otro objeto del invento se refiere también a la producción de las composiciones conformes al invento mediante el procedimiento conforme al invento.

Como ya se ha mencionado, las composiciones conformes al invento son apropiadas de manera ventajosa para la producción de preparados cosméticos.

- 25 Otro objeto del invento se refiere por lo tanto a la utilización de las composiciones conformes al invento para la producción de un preparado cosmético. Es especialmente ventajoso en este caso el hecho de que las composiciones conformes al invento se pueden utilizar tal como se han obtenido a partir del procedimiento conforme al invento, es decir sin ningún tratamiento ni ninguna purificación adicionales.

- 30 Las composiciones conformes al invento son apropiadas de manera ventajosa, además de ello, como agentes tensioactivos en preparados cosméticos.

Otro objeto del invento se refiere por lo tanto a la utilización de las composiciones conformes al invento como agentes tensioactivos en preparados cosméticos. Las composiciones conformes al invento se pueden utilizar también en este caso directamente tal como se han obtenido a partir del procedimiento conformes al invento.

- 35 Los Ejemplos y los usos siguientes deben explicar el invento con más detalle, pero sin limitarlo a ellos. En el caso de todos los datos porcentuales se trata de tantos por ciento en peso (% en peso), siempre y cuando que no se indique explícitamente otra cosa distinta.

Ejemplo comparativo 1

Cloruro de cocoilo (A): Fracción de coco con una proporción reducida de C₁₆ y C₁₈

Especificación del cloruro de cocoilo utilizado

C ₈ /C ₁₀ saturado:	10,0 - 14,0 % en peso
C ₁₂ :	60,0 - 62,0 % en peso
C ₁₄ :	19,0 - 24,0 % en peso
C ₁₆ :	3,0 - 10,0 % en peso
C ₁₈ saturado:	< 2,0 % en peso

5 37,8 g (0,504 moles) de glicina se disuelven in 276 g de agua VE (agua totalmente desalinizada) mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta a 12 – 13 con lejía de sosa (33 % en peso en agua). A continuación se calienta mediando agitación a 30 - 35 °C y se añaden dosificadamente 106,4 g (0,478 moles) cloruro de cocoilo (A) en el transcurso de 6 horas a 30 - 35 °C mediando enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 – 13 por simultánea adición dosificada de lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoilo se deja descender el valor del pH a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se
10 agita todavía durante 2 horas a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades:

A 25 °C:	líquido, color opalino
Residuo seco (1 hora, 140 °C):	31,0 % en peso
Sal de glicina (por HPLC):	0,6 % en peso
Sal de ácido graso (por HPLC):	0,6 % en peso
NaCl (por valoración):	5,3 % en peso
Contenido activo:	24,5 % en peso
Viscosidad (a 35 °C):	756 mPa·s

15 El cálculo de la proporción ponderal de acil-glicinato en las composiciones se efectúa mediante la fórmula "proporción ponderal de acil-glicinato = residuo seco – sal de ácido graso – sal de glicina - Q⁺Cl⁻". El valor se designa como contenido activo en el marco de la presente solicitud.

El Ejemplo comparativo 1 corresponde al estado de la técnica del documento WO 2009/065530. En el presente caso se obtiene una solución de cocoil-glicinato de sodio que es líquida a la temperatura ambiente (25 °C), la cual, sin embargo, se basa en una fracción de cadena que está menos disponible comercialmente.

Ejemplo comparativo 2

20 Fracción de coco con una proporción elevada de C_{16/18}, hidrogenada, pero sin ninguna orción de C₈ y C₁₀.

Distribución del cloruro de cocoilo (B) utilizado:

C ₁₂ :	55,6 % en peso
C ₁₄ :	23,0 % en peso
C ₁₆ :	11,1 % en peso
C ₁₈ saturado	10,3 % en peso

25 36,0 g (0,480 moles) de glicina se disuelven en 280 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta a 12-13 con lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). A continuación se calienta a 30 - 35 °C mediando agitación y se añaden dosificadamente 109,6 g (0,456 moles) de cloruro de cocoilo (B) en el transcurso de 6 horas mediando enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 – 13 por simultánea adición dosificada de lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). En el transcurso de la adición dosificada del cloruro de cocoilo, la tanda se hace cada vez más viscosa hasta que ella ya no sea agitable. Por adición de 110 g de agua y subsiguiente elevación de la temperatura de reacción a 40 °C, la tanda permanece agitable de algún modo. Hacia el
30 final de la adición dosificada del cloruro de cocoilo se deja que el valor del pH descienda a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades:

A 25 °C:	líquido, turbio
Residuo seco (1 hora, 140 °C):	25,8 % en peso
Sal de glicina (por HPLC):	0,8 % en peso
Sal de ácido graso (por HPLC):	1,2 % en peso
NaCl (por valoración):	4,1 % en peso
Contenido activo:	19,7 % en peso
Viscosidad:	no se determina

El Ejemplo comparativo 2 muestra que unos mayores contenidos de cloruros de ácidos grasos de C_{16/18} saturados conducen a unas soluciones de glicinatos no manipulables de baja concentración, siempre y cuando que en el cloruro de ácido no esté presente ninguna proporción de cloruro de ácido de C₈, C₁₀ y C₁₈ insaturado.

- 5 Ejemplo 1:
Fracción de coco con porciones de C₈ y C₁₀ y porciones de C₁₈ insaturadas

Distribución del cloruro de cocoilo utilizado

Cloruro de ácido graso	% en peso
Cloruro de ácido graso de C ₆	0,5
Cloruro de ácido graso de C ₈ saturado	7,4
Cloruro de ácido graso de C ₁₀ saturado	5,9
Cloruro de ácido graso de C ₁₂	49,4
Cloruro de ácido graso de C ₁₄	18,5
Cloruro de ácido graso de C ₁₆	8,4
Cloruro de ácido graso de C ₁₈ insaturado	5,2
Cloruro de ácido graso de C ₁₈ saturado	2,2
Suma de x	2,5

x: sustancias indeterminadas

- 10 18,9 g (0,252 moles) de glicina se disuelven en 146 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta a 12 – 13 con lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). A continuación se se calienta a 35 - 40°C mediando agitación y se añaden dosificadamente 53,1 g (0,239 moles) de cloruro de cocoilo en el transcurso de 6 horas a 35 - 40°C, mediando enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 – 13 por simultánea adición dosificada de lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoilo se deja que el valor del pH descienda a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a 40 °C y a un pH de 9,5 - 10,5.
- 15

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades:

A 40 °C:	líquido, transparente, homogéneo
Residuo seco (1 hora, 140 °C):	30,0 % en peso
Sal de glicina (por HPLC):	0,9 % en peso
Sal de ácido graso (por HPLC):	1,8 % en peso
NaCl (por valoración):	5,0 % en peso
Contenido activo:	22,3 % en peso
Viscosidad (40 °C):	100 mPa·s

- 20 El Ejemplo 1 conforme al invento muestra que con unos cloruros de ácidos grasos que contienen tanto cantidades significativas de cloruros de ácidos grasos de C₈ y C₁₀ así como también de cloruros de ácidos grasos de C₁₈ insaturados (fracción de cadena correspondiente a una fracción de ácidos grasos de coco que está presente en la naturaleza), se obtienen unas soluciones de glicinatos con un alto contenido activo, que son homogéneas a 40 °C.

Ejemplo comparativo 3:

Fracción de coco con porciones de C₁₈ insaturadas, pero con pequeñas porciones de C₈ y C₁₀

Distribución del cloruro de cocoilo utilizado

Cloruro de ácido graso	% en peso
Cloruro de ácido graso de C ₆	0,1
Cloruro de ácido graso de C ₈ saturado	0,5
Cloruro de ácido graso de C ₁₀ saturado	55,1
Cloruro de ácido graso de C ₁₂	23,0
Cloruro de ácido graso de C ₁₄	10,7
Cloruro de ácido graso de C ₁₆	6,8
Cloruro de ácido graso de C ₁₈ insaturado	2,9
Cloruro de ácido graso de C ₁₈ saturado	1,0

x: sustancias indeterminadas

- 5 18,9 g (0,252 moles) de glicina se disuelven en 155 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta a 12 – 13 con lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). A continuación se calienta a 35 - 40 °C mediando agitación y se añaden dosificadamente 57,2 g (0,239 moles) de cloruro de cocoilo en el transcurso de 6 horas a 35 - 40 °C mediando enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 – 13 por simultánea adición dosificada de lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). En el transcurso de la adición dosificada del cloruro de cocoilo, la tanda se hace cada vez más viscosa hasta que ella ya no sea agitable. Esto hace necesario elevar la temperatura primeramente a 45 °C y luego a 50 °C. A pesar de ello, la tanda permanece viscosa. Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoilo se deja que el valor del pH descienda a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a 50 °C y a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades:

A 40 °C:	Masa viscosa, no agitable
Residuo seco (1 hora, 140 °C):	31,2 % en peso
Sal de glicina (por HPLC):	2,5 % en peso
Sal de ácido graso (por HPLC):	4,4 % en peso
NaCl (por valoración):	4,6 % en peso
Contenido activo:	19,7 % en peso
Viscosidad:	no se determina

- 15 El Ejemplo comparativo 3 muestra que, con unos cloruros de ácidos grasos que no contienen cantidades significativas de cloruro de ácido graso de C₈ y C₁₀ pero si contienen por otro lado cantidades significativas de cloruro de ácido graso de C₁₈ insaturado (que corresponde a una fracción de ácido graso de coco presente en la naturaleza, que fue rematada), se obtienen como productos a 40 °C solamente unas masas viscosas no agitables con una pequeña pureza.

20

Ejemplo 2

Fracción de coco con porciones insaturadas del Ejemplo comparativo 3, ampliadas en C₈ y C₁₀

Distribución del cloruro de cocoilo utilizado

Cloruro de ácido graso	% en peso
Cloruro de ácido graso de C ₆	5,0
Cloruro de ácido graso de C ₈ saturado	8,0
Cloruro de ácido graso de C ₁₀ saturado	48,3
Cloruro de ácido graso de C ₁₂	20,1
Cloruro de ácido graso de C ₁₄	9,3
Cloruro de ácido graso de C ₁₆	5,8
Cloruro de ácido graso de C ₁₈ insaturado	2,5
Suma de x	1,0

x: sustancias indeterminadas

- 5 18,9 g (0,252 moles) de glicina se disuelven en 156 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta a 12 – 13 con lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). A continuación, mediando agitación, se calienta a 35 - 40 °C y se añaden dosificadamente 55,5 g (0,239 moles) de cloruro de cocoilo en el transcurso de 6 horas a 35 - 40 °C mediando enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 – 13 por simultánea adición dosificada de lejía de sosa (al 33 % en peso en agua). La tanda es bien agitable. Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoilo se deja que el valor del pH descienda a 9,5 - 10,5. Para la completación de la reacción se agita todavía durante 2 horas a 40 °C y a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades:

A 40 °C:	líquido, transparente, homogéneo
Residuo seco (1 hora, 140 °C):	29,7 % en peso
Sal de glicina (por HPLC):	0,8 % en peso
Sal de ácido graso (por HPLC):	1,9 % en peso
NaCl (por valoración):	4,6 % en peso
Contenido activo:	22,4 % en peso
Viscosidad (40 °C):	388 mPa·s

- 10 El Ejemplo 2 conforme al invento muestra que con unos cloruros de ácidos grasos que contienen tanto unas cantidades significativas de cloruros de ácidos grasos de C₈ y C₁₀ así como también del cloruro de ácido graso de C₁₈ insaturado (fracción de cadena que corresponde a una fracción de ácidos grasos de coco que está presente en la naturaleza), se obtienen unas soluciones de glicinatos homogéneas a 40 °C con un alto contenido activo.

Ejemplo comparativo A:

- 15 Capacidad de formación de espuma de las composiciones conformes al invento

La capacidad de formación de espuma se midió en un SITA Foamttester en el caso de una concentración del agente tensioactivo de 0,01 % en peso a un pH = 9 y a 37 °C. En la siguiente Tabla 1 se reproducen las alturas de espuma en dependencia de los ciclos de agitación.

Tabla 1: Alturas de espuma medidas [en mm] en dependencia de los ciclos de agitación.

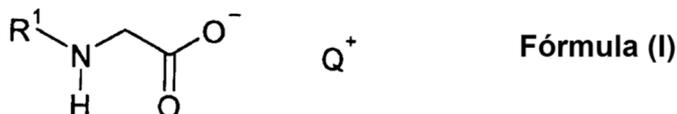
Ciclos de agitación	2	4	6	8	10	15	20	25	30
Alturas de espuma [mm] Ejemplo 1	22	60	98	130	150	195	225	235	245
Alturas de espuma [mm] Ejemplo comparativo 1	96	130	130	130	130	130	130	130	130

- 20 Los resultados de los ensayos que se reproducen en la Tabla 1 muestran que el acil-glicinato conforme al invento o respectivamente las composiciones conformes al invento hacen posibles unas alturas totales de espuma conseguibles manifiestamente más altas que el acil-glicinato o respectivamente la composición del ejemplo comparativo 1. Las altas alturas totales de espuma conseguibles conducen, p.ej. en formulaciones cosméticas, a unas espumas cremosas que son agradables sensorialmente.

25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos de la Fórmula (I)



en la que

- 5 R^1 representa un grupo alcanoilo saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoilo insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30 átomos de carbono, y
 Q^+ representa un catión seleccionado entre los cationes de metales alcalinos Na^+ y K^+ ,

10 caracterizado porque se hace reaccionar glicina con un cloruro de ácido graso R^1Cl , poseyendo R^1 el significado indicado en la Fórmula (I), y representando un grupo acilo con 6 hasta 30 átomos de carbono, realizándose que la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_6 saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{10} saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{12} es de 44,0 - 50,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{14} es de 14,0 - 20,0 % en peso, 15 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{16} es de 8,0 - 10,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso, en cada caso referidas a la cantidad total del cloruro de ácido graso que se emplea, en el seno de agua y en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico que suministra unos cationes Q^+ seleccionados 20 entre Na^+ y K^+ , pero en ausencia de disolventes orgánicos, a 25 - 50 °C.

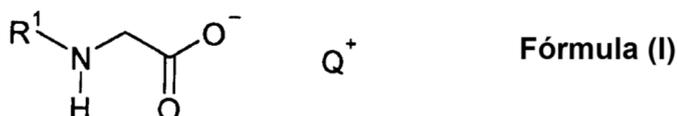
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que como compuestos de metales alcalinos de carácter básico se emplean carbonatos o hidróxidos de los cationes de metales alcalinos Na^+ o K^+ o sus mezclas.

25 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que él se lleva a cabo a un valor del pH de 9 a 13.

4. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado por que la relación molar de la glicina al cloruro de ácido graso es de 1,1 : 1,0 hasta 1,0 : 1,0

5. Una composición que contiene

a) uno o varios acil-glicinatos de la Fórmula (I)



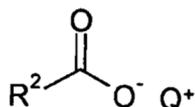
- 30 en la que
 R^1 representa un grupo alcanoilo saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoilo insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30 átomos de carbono, y
 35 Q^+ representa un catión seleccionado entre los cationes de metales alcalinos Na^+ y K^+ y preferiblemente representa Na^+ ,

en unas proporciones de 21,0 - 28,0 % en peso, referidas a la composición total, y realizándose en el uno o los varios acil-glicinato(s) de la Fórmula (I) que

40 la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_6 saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{10} saturados es de 5,0 - 8,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{12} es de 44,0 - 50,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{14} es de 14,0 - 20,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{16} es de 8,0 - 10,0 % en peso, la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} saturados es de 1,0 - 3,0 % en peso, y

la proporción de cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C₁₈ insaturados es de 4,0 - 10,0 % en peso, y estando referidas las proporciones mencionadas a la cantidad total de los grupos acilo contenidos en el uno o los varios acil-glicinato(s), pero no calculándose sobre la base de los grupos acilo propiamente dichos, sino sobre la base de los cloruros de ácidos grasos que corresponden a los grupos acilo,

- 5 b) una o varias sustancias Q⁺Cl⁻, en las que Q⁺ tiene el significado de Q⁺ de la Fórmula (I), en unas proporciones mayores que o iguales a 1,0 % en peso, referidas a la composición total,
- c) una o varias sales de ácidos grasos de la Fórmula (II)



Fórmula (II)

- 10 en la que
 R^2CO tiene el significado de R¹ de la Fórmula (I) y
 Q^+ tiene el significado de Q⁺ de la Fórmula (I)
- en unas proporciones menores que o iguales a 3,0 % en peso, referidas a la composición total, y
- d) agua,
- e) pero no contiene ningún disolvente orgánico.
- 15 6. Una composición de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizada por que ella contiene el componente a) en unas proporciones de 23,0 – 27,0 % en peso, referidas a la composición total.
7. Una composición de acuerdo con la reivindicación 5 ó 6, caracterizada por que Q⁺ representa Na⁺.
8. Una composición de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 5 hasta 7, caracterizada por que ella contiene la una o las varias sustancias Q⁺Cl⁻ en unas proporciones de 1,0 a 8,0 % en peso, referidas a la composición total.
- 20 9. Una composición de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 5 hasta 8, caracterizada por que ella contiene la una o las varias sales de ácidos grasos de la Fórmula (II) en unas proporciones de 0,01 a 2,0 % en peso, referidas a la composición total.
- 25 10. Una composición de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 5 hasta 9, caracterizada por que la pureza de los acil-glicinatos de la Fórmula (I) contenidos en ella es de 90 % o mayor, estando referida esta pureza a la suma de la sal de ácido graso de la Fórmula (II) y del acil-glicinato de la Fórmula (I) y calculándose de acuerdo con la fórmula "pureza de los acil-glicinatos = [cantidad de acil-glicinato : (cantidad de acil-glicinato + cantidad de sal de ácido graso)]".
- 30 11. Una composición de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 5 hasta 10, caracterizada por que ella tiene a 40 °C una viscosidad más pequeña que 5 000 mPa·s.
12. Una utilización de una composición de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 5 hasta 11 para la producción de un preparado cosmético.
13. Una utilización de una composición de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 5 hasta 11 como agente tensioactivo en un preparado cosmético.