

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 288**

51 Int. Cl.:

C07C 227/18 (2006.01)

C07C 227/36 (2006.01)

C07C 229/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.09.2014 PCT/EP2014/068910**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.03.2015 WO15036324**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.09.2014 E 14758971 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2017 EP 3044202**

54 Título: **Mezclas de enantiómeros y procedimiento para elaborar dichas mezclas**

30 Prioridad:

13.09.2013 EP 13184347
23.06.2014 EP 14173388
23.06.2014 EP 14173393
04.07.2014 EP 14175796

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.12.2017

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

REINOSO GARCIA, MARTA;
HARTMANN, MARKUS;
SCHMIDT, KATI;
RAULS, MATTHIAS;
SCHMIDT, THOMAS;
KLINGELHOEFER, PAUL;
OFTRING, ALFRED y
KADAM, SOMNATH SHIVAJI

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 646 288 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

Mezclas de enantiómeros y procedimiento para elaborar dichas mezclas

5 La presente invención se refiere a una mezcla de enantiómeros L y D de ácido metilglicinodiacético (MGDA) o sus respectivas sales de mono, di o trialkil metal o sales de mono, di o triamonio, conteniendo dicha mezcla predominantemente el respectivo isómero L con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 75 %.

10 Los agentes quelantes tales como ácido metilglicinodiacético (MGDA) y sus respectivas sales de metales alcalinos son secuestrantes útiles para iones de metales alcalinotérreos tales como Ca^{2+} y Mg^{2+} . Por esa razón, se recomiendan y usan para diversos fines, tales como detergentes para ropa y para formulaciones de lavavajillas automáticos (ADW), en particular para los denominados detergentes de lavandería sin fosfatos y formulaciones de ADW sin fosfatos. Para el transporte de dichos agentes quelantes, en la mayoría de los casos se están aplicando sólidos tales como gránulos o soluciones acuosas.

Los gránulos y polvos son útiles porque la cantidad de agua transportada puede desprejarse, pero para la mayoría de los procedimientos de mezcla y formulación se requiere una etapa de disolución adicional.

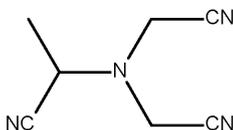
15 Muchos usuarios industriales desean obtener agentes quelantes en soluciones acuosas que sean tan altamente concentradas como sea posible. Cuanto menor es la concentración del agente quelante solicitado, más agua se transporta. Dicha agua aumenta los costos de transporte y debe ser eliminada más tarde cuando el MGDA se incorpore a un producto sólido. Aunque pueden prepararse y almacenarse a temperatura ambiente, aproximadamente el 40 % en peso de las soluciones de sal trisódica del MGDA racémico, las soluciones locales o temporalmente más frías pueden conducir a la precipitación del MGDA, así como a la formación de núcleos mediante impurezas. Dichas precipitaciones pueden conducir a incrustaciones en tuberías y recipientes, y/o a impurezas o falta de homogeneidad durante la formulación.

20 Se puede intentar aumentar la solubilidad de los agentes quelantes mediante la adición de un agente solubilizante, por ejemplo, un polímero potenciador de la solubilidad o un tensoactivo. Sin embargo, muchos usuarios desean ser flexibles con su propia formulación de detergente, y desean evitar los aditivos poliméricos o de superficie activa en el agente quelante.

Se pueden considerar los aditivos que pueden potenciar la solubilidad de los respectivos agentes quelantes, pero tales aditivos no deberían afectar negativamente las propiedades del agente quelante respectivo. Sin embargo, muchos aditivos tienen un efecto negativo o limitan la flexibilidad para formulaciones posteriores.

30 Se ha encontrado adicionalmente que algunas muestras del MGDA contienen muchas impurezas que pueden limitar su aplicabilidad en campos tales como detergentes para ropa y ADW. Tales impurezas a veces se atribuyen a una coloración desventajosa especialmente a un valor de pH por debajo de 10 y un comportamiento olfativo que a veces va con MGDA y otros agentes quelantes, véanse, por ejemplo, los ejemplos comparativos del documento US 7.671.234.

El documento US 7.671.234 describe una saponificación mejorada de MGDN,



Aunque el documento US 7.671.234 muestra mejoras, se desea un comportamiento olfativo y de coloración incluso mejorado.

40 El documento WO 2012/150155 describe la solubilidad mejorada del L-MGDA puro, en comparación con el MGDA racémico. Sin embargo, es tedioso elaborar el MGDA y evitar cuidadosamente cualquier racemización. Aunque es muy posible sintetizar MGDA racémico y separarlo del isómero D, dicho procedimiento daría como resultado la pérdida del 50 % del rendimiento o más.

45 Se ha encontrado además que el MGDA racémico muestra cierta intolerancia frente a bases fuertes tales como el hidróxido de sodio. Esto limita su utilidad en ciertas aplicaciones tales como limpiadores industriales e institucionales que en muchos casos contienen cantidades significativas de bases fuertes tales como hidróxido de potasio o hidróxido de sodio.

Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es proporcionar soluciones acuosas altamente concentradas de agentes quelantes tales como MGDA que son estables a temperaturas en el intervalo de 0 a 50 °C, sin la adición de tensoactivos o polímeros orgánicos o sales de ácidos orgánicos. Otro objetivo de la presente invención fue proporcionar agentes quelantes que muestran una tolerancia mejorada frente a bases fuertes tales como el hidróxido de potasio sólido o el hidróxido de sodio sólido. Otro objetivo de la presente invención fue proporcionar un procedimiento para la fabricación de soluciones acuosas altamente concentradas de agentes quelantes tales como MGDA que son estables a temperaturas en el intervalo de 0 a 50 °C. Ni dicho procedimiento ni dicha solución acuosa deberían requerir el uso de aditivos que afecten negativamente las propiedades del agente quelante respectivo. En particular, ni los polímeros orgánicos ni las sales de ácidos orgánicos deberían ser necesarios para estabilizar tales soluciones.

Por consiguiente, se ha encontrado que las mezclas de enantiómeros definidas al principio pueden convertirse en las soluciones acuosas que resuelven los problemas anteriores. Las mezclas de enantiómeros definidas al principio muestran una solubilidad mejorada en agua, en comparación con la mezcla racémica, y casi la misma o la misma o preferiblemente una solubilidad mejorada en agua, en comparación con el isómero L puro, pero son más fáciles con respecto a la fabricación.

Por lo tanto, las mezclas de la invención son mezclas de enantiómeros L y D de ácido metilglicinodiacético (MGDA) o sus respectivas sales de metal mono, di o triálcali o mono, di o triamonio, conteniendo dicha mezcla predominantemente el isómero L respectivo con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 75 %.

El término sales de amonio como se usa en la presente invención se refiere a sales con al menos un catión que porta un átomo de nitrógeno que está cuaternizado en forma temporal o permanente. Los ejemplos de cationes que portan al menos un átomo de nitrógeno que está permanentemente cuaternizado incluyen tetrametilamonio, tetraetilamonio, dimetildietilamonio y n-alkil-C₁₀-C₂₀-trimetil amonio. Los ejemplos de cationes que portan al menos un átomo de nitrógeno que está temporalmente cuaternizado incluyen aminas protonadas y amoniaco, tales como monometilamonio, dimetilamonio, trimetilamonio, monoetilamonio, dietilamonio, trietilamonio, n-alkil-C₁₀-C₂₀-dimetil amonio, 2-hidroxietilamonio, bis(2-hidroxietil)amonio, tris(2-hidroxietil)amonio, N-metil-2-hidroxietil amonio, N,N-dimetil-2-hidroxietilamonio, y especialmente NH₄⁺.

En una realización de la presente invención, las mezclas de la invención son mezclas de enantiómeros L y D de moléculas de fórmula general (I)



en la que

x está en el intervalo de 0 a 0,5, preferiblemente de 0 a 0,25,

M se selecciona de amonio, sustituido o no sustituido, y potasio y sodio y mezclas de los mismos, preferiblemente sodio.

Se prefieren las sales de metal trialcalino de MGDA tales como sales tripotásicas e incluso más preferidas son las sales trisódicas.

En una realización de la presente invención, el exceso enantiomérico del isómero L respectivo en las mezclas de la invención está en el intervalo de 10 a 75 %, preferiblemente en el intervalo de 12,5 a 60 %.

En realizaciones en las que están presentes dos o más compuestos, el ee se refiere al exceso enantiomérico de todos los isómeros L presentes en la mezcla en comparación con todos los isómeros D. Por ejemplo, en los casos en que está presente una mezcla de la sal di- y trisódica de MGDA, el ee se refiere a la suma de la sal disódica y la sal trisódica de L-MGDA con respecto a la suma de la sal disódica y la sal trisódica de D-MGDA.

El exceso enantiomérico puede determinarse midiendo la polarización (polarimetría) o preferiblemente mediante cromatografía, por ejemplo, mediante HPLC con una columna quiral, por ejemplo, con una o más ciclodextrinas como fase inmobilizada o con una fase estacionaria quiral del concepto de intercambio de ligando (cepillo de Pirkle). Se prefiere la determinación del ee por HPLC con una amina inmobilizada ópticamente activa tal como D-penicilamina en presencia de una sal de cobre (II).

En una realización de la presente invención, las mezclas de la invención pueden contener en el intervalo de 0,1 a 10 % en peso de una o más impurezas ópticamente inactivas, siendo al menos una de las impurezas selecciona de ácido iminodiacético, ácido fórmico, ácido glicólico, ácido propiónico, ácido acético y sus respectivas sales de metal alcalino o mono, di o triamonio.

En un aspecto de la presente invención, las mezclas de la invención pueden contener menos de 0,2 % en peso de ácido nitrilotriacético (NTA), preferiblemente de 0,01 a 0,1 % en peso.

5 En un aspecto de la presente invención, las mezclas de la invención pueden contener cantidades menores de cationes distintos de metal alcalino o amonio. Por lo tanto, es posible que cantidades menores, tales como 0,01 a 5 % en moles de la mezcla de la invención del agente quelante total, con base en el anión, porte cationes de metales alcalinotérreos, tales como Mg^{+2} o Ca^{2+} , o iones de metales de transición tales como cationes Fe^{2+} o Fe^{3+} .

Las mezclas de la invención muestran una muy buena solubilidad, especialmente en agua y en soluciones acuosas de hidróxido de metal alcalino. Dicha muy buena solubilidad puede ser observada, por ejemplo, en un intervalo de temperatura de 0 °C a 40 °C, en particular a temperatura ambiente y/o a 0 y/o +10 °C.

10 Otro aspecto de la presente invención es, por lo tanto, una solución acuosa de una mezcla de la invención, que contiene en el intervalo de 40 a 60 % en peso de dicha mezcla de la invención, preferiblemente de 45 a 58 % en peso, incluso más preferiblemente 48 a 55 % por peso. Dichas soluciones acuosas también se denominarán en lo sucesivo soluciones de la invención o soluciones de acuerdo con la presente invención. Las soluciones de la invención no muestran cantidades de precipitación o cristalización al agregar cristales de siembra o estrés mecánico.
15 Las soluciones de la invención no muestran turbidez visible.

En una realización preferida de la presente invención, las soluciones de acuerdo con la presente invención están libres de tensoactivos. Libre de tensoactivos significará, en el contexto de la presente invención, que el contenido total de tensoactivos es 0,1 % en peso o menos, en referencia a la cantidad de mezcla de la invención. En una realización preferida, el término "libre de tensoactivos" abarcará una concentración en el intervalo de 50 ppm a 0,05 %
20 %, tanto ppm como % referidos a ppm en peso o % en peso, respectivamente, y en referencia a la solución total respectiva de la invención.

En una realización preferida de la presente invención, las soluciones de acuerdo con la presente invención están exentas de polímeros orgánicos. Libre de polímeros orgánicos significará, en el contexto de la presente invención, que el contenido total de polímeros orgánicos es de 0,1 % en peso o menos, en referencia a la cantidad de mezcla de la invención. En una realización preferida, el término "libre de polímeros orgánicos" abarcará una concentración en el intervalo de 50 ppm a 0,05 %, tanto ppm como % que se refieren a ppm en peso o % en peso,
25 respectivamente, y refiriéndose a la solución total respectiva de la invención. Los polímeros orgánicos también deben incluir copolímeros orgánicos e incluirán poliacrilatos, polietileniminas y polivinilpirrolidona. Los (co)polímeros orgánicos en el contexto de la presente invención tendrán un peso molecular (P_m) de 1.000 g o más.

30 En una realización preferida de la presente invención, las soluciones de la invención no contienen cantidades importantes de metal alcalino de ácidos mono y dicarboxílicos tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido maleico, ácido acrílico, ácido adípico, ácido succínico y similares. Las cantidades importantes en este contexto se refieren a cantidades superiores al 0,5 % en peso.

35 En una realización de la presente invención, las soluciones de la invención tienen un valor de pH en el intervalo de 8 a 14, preferiblemente de 10,0 a 13,5.

En una realización de la presente invención, las soluciones de la invención contienen adicionalmente al menos una sal básica inorgánica seleccionada de hidróxidos de metales alcalinos y carbonatos de metales alcalinos. Los ejemplos preferidos son carbonato de sodio, carbonato de potasio, hidróxido de potasio y en particular hidróxido de sodio, por ejemplo, de 0,1 a 1,5 % en peso. El hidróxido de potasio o el hidróxido de sodio, respectivamente, pueden resultar de la fabricación de la solución respectiva de la invención.
40

Además, las mezclas de la invención, así como las soluciones de la invención pueden contener una o más sales inorgánicas no básicas tales como, pero sin limitación, haluro de metal alcalino o preferiblemente sulfato de metal alcalino, especialmente sulfato de potasio o incluso más preferiblemente sulfato de sodio. El contenido de sal inorgánica no básica puede estar en el intervalo de 0,10 a 1,5 % en peso, con referencia a la mezcla respectiva de la invención o al contenido de sólidos de la solución respectiva de la invención. Incluso más preferiblemente, las mezclas de la invención, así como las soluciones de la invención no contienen cantidades significativas de sal inorgánica no básica, por ejemplo, en el intervalo de 50 ppm a 0,05 % en peso, con referencia a la mezcla respectiva de la invención o al contenido de sólidos de la solución respectiva de la solución. Incluso más preferiblemente, las mezclas de la invención contienen de 1 a 50 ppm en peso de la suma de cloruro y sulfato, con referencia a la mezcla respectiva de la invención. El contenido de sulfato se puede determinar, por ejemplo, mediante gravimetría o cromatografía iónica.
45
50

Además, las mezclas de la invención, así como las soluciones de la invención exhiben un comportamiento olfativo ventajoso, así como una tendencia muy baja a colorearse, tal como amarillamiento tras el almacenamiento.

Además, las mezclas de la invención, así como las soluciones de la invención muestran un comportamiento ventajoso frente a los agentes blanqueadores tales como el percarbonato de sodio, y las mezclas de la invención son menos higroscópicas que la mezcla racémica de MGDA. Las mezclas de la invención forman polvos de flujo libre más fácilmente que la mezcla racémica de MGDA.

5 Además, las mezclas de la invención muestran un comportamiento mejorado frente a bases fuertes tales como hidróxido de potasio sólido o hidróxido de sodio sólido. Cuando se almacenan como una mezcla con hidróxido de potasio sólido o hidróxido de sodio sólido y luego formulados en agua, se pueden formular como soluciones claras, no turbias, con buena duración.

10 Las mezclas de la invención se pueden preparar mezclando las cantidades respectivas de L-MGDA y D-MGDA enantioméricamente puras o sus sales respectivas. Sin embargo, la fabricación de D-MGDA enantioméricamente puro es tediosa, y se han encontrado otros procedimientos de preparación de mezclas de la invención en el contexto de la presente invención.

15 Un aspecto adicional de la presente invención es un procedimiento para fabricar mezclas de la invención, que en lo sucesivo también se denominará procedimiento de la invención. El procedimiento de la invención comprende las etapas de

(a) disolver una mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino en agua,

(b) convertir dicha mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino con formaldehído y ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino en un dinitrilo,

20 (c) saponificación del dinitrilo resultante de la etapa (b) en dos etapas (c1) y (c2), las etapas (c1) y (c2) se llevan a cabo a diferentes temperaturas, empleando cantidades estequiométricas de hidróxido o un exceso de 1,01 a 1,5 moles de hidróxido por suma molar de grupos COOH y grupos nitrilo del dinitrilo de la etapa (b).

El procedimiento de la invención se describirá con más detalle a continuación.

25 En la etapa (a) del procedimiento de la invención, se disuelve en agua una mezcla de L-alanina y la sal de metal alcalino de L-alanina. L-alanina en el contexto de la presente invención se refiere a L-alanina pura con cantidades no detectables de D-alanina, o a mezclas de enantiómeros de L-alanina y D-alanina, siendo el exceso enantiomérico de al menos 96 %, preferiblemente al menos 98 %. Cuanto más puro es el enantiómero L-alanina, mejor es la dirección de la racemización en la etapa (c) del procedimiento de la invención.

De las sales de metales alcalinos, se prefiere la sal de potasio y la sal de sodio es incluso más preferida.

30 Hay varias formas de realizar la etapa (a) del procedimiento de la invención. Es posible preparar una mezcla sólida de L-alanina y la sal de metal alcalino de L-alanina y luego disolver la mezcla así obtenida en agua. Sin embargo, se prefiere suspender L-alanina en agua y luego añadir la cantidad requerida de hidróxido de metal alcalino, como sólido o como solución acuosa.

35 En una realización de la presente invención, la etapa (a) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 5 a 70 °C, preferiblemente en el intervalo de 15 a 60 °C. Durante la ejecución de la etapa (a), en muchos casos se puede observar un aumento de la temperatura, especialmente cuando se ha escogido la realización de suspensión de L-alanina en agua y luego añadir la cantidad requerida de hidróxido de metal alcalino, como sólido o como solución acuosa.

Se obtendrá una solución acuosa de una mezcla de L-alanina y su correspondiente sal de metal alcalino de la etapa (a).

40 En una realización de la etapa (a), se obtiene una solución acuosa de una mezcla del intervalo de 10 a 50 % en moles de L-alanina (ácido libre) y de 50 a 90 % en moles de L-alanina (sal de metal alcalino). Particularmente se prefieren las mezclas de 23 a 27 % en moles de L-alanina (ácido libre) y se obtienen 63 a 67 % en moles de la sal de metal alcalino de L-alanina.

45 Preferiblemente, una solución acuosa de una mezcla de L-alanina y su correspondiente sal de metal alcalino puede tener un contenido total de sólidos en el intervalo de 10 a 35 %. Preferiblemente, dicha solución acuosa de una mezcla de L-alanina y su correspondiente sal de metal alcalino puede tener un valor de pH en el intervalo de 6 a 12.

Preferiblemente, la solución acuosa obtenida de la etapa (a) contiene menos de 0,5 % en peso, impurezas distintas de D-alanina y su correspondiente sal de metal alcalino, con base en el porcentaje del contenido de sólidos totales

de la solución acuosa. Dichas impurezas potenciales pueden ser una o más sales de magnesio o calcio de ácidos inorgánicos. Las cantidades residuales de impurezas derivadas de L-alanina o el agua usada no se tendrán en cuenta en el contexto adicional de la presente invención.

5 En la etapa (b) del procedimiento de la invención, se lleva a cabo una síntesis doble de Strecker tratando la solución acuosa de la mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino obtenida en la etapa (a) con formaldehído y ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino. La síntesis doble de Strecker puede llevarse a cabo añadiendo cianuro de metal alcalino o una mezcla de ácido cianhídrico y cianuro de metal alcalino o preferiblemente ácido cianhídrico y formaldehído a la solución acuosa obtenida en la etapa (a). Dicha adición de formaldehído y cianuro de metal alcalino o preferiblemente ácido cianhídrico puede realizarse en una o más porciones. El formaldehído se puede
10 agregar como gas o como solución de formalina o como paraformaldehído. Se prefiere la adición de formaldehído como solución acuosa de 30 a 35 % en peso.

En una realización particular de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C, preferiblemente de 35 a 65 °C.

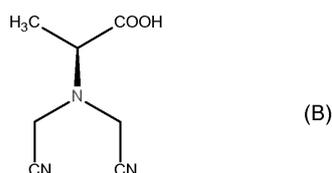
15 En una realización de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a una temperatura constante en el intervalo anterior. En otra realización, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo usando un perfil de temperatura, por ejemplo, iniciando la reacción a 40 °C y permitiendo entonces agitar la mezcla de reacción a 50 °C.

20 En una realización de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión elevada, por ejemplo, de 1,01 a 6 bar. En otra realización, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión normal (1 bar).

En una realización de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a un valor de pH constante, y se está añadiendo una base o un ácido para mantener el valor de pH constante. Preferiblemente, sin embargo, el valor de pH durante la etapa (b) está disminuyendo, y no se está añadiendo base ni ácido aparte de, opcionalmente, HCN. En dichas realizaciones, al final de la etapa (b), el valor de pH puede haber caído a 2 o a 4.

25 La etapa (b) puede realizarse en cualquier tipo de recipiente de reacción que permita la manipulación de ácido cianhídrico. Son útiles, por ejemplo, matraces, reactores de tanque agitado y cascadas de dos o más reactores de tanque agitado.

A partir de la etapa (b), se obtendrá una solución acuosa del enantiómero L, un dinitrilo de fórmula (B)



30 y su correspondiente sal de metal alcalino, brevemente también denominada dinitrilo (B) o sal de metal alcalino de dinitrilo (B), respectivamente.

En la etapa (c), el dinitrilo resultante de la etapa (b) se saponificará en dos etapas (c1) y (c2) a diferentes temperaturas, empleando cantidades estequiométricas de hidróxido o un exceso de 1,01 a 1,5 moles de hidróxido por suma molar de grupos COOH y grupos nitrilo de dinitrilo de la etapa (b), preferiblemente 1,01 a 1,2 moles.

35 Temperatura diferente significa en el contexto de la etapa (c) que la temperatura promedio de la etapa (c1) es diferente de la temperatura promedio de la etapa (c2). Preferiblemente, la etapa (c1) se realiza a una temperatura inferior a aquella de la etapa (c2). Incluso más preferiblemente, la etapa (c2) se realiza a una temperatura promedio que es al menos 100 °C más alta que la temperatura promedio de la etapa (c1). Hidróxido en el contexto de la etapa
40 (c) se refiere a hidróxido de metal alcalino, preferiblemente hidróxido de potasio e incluso más preferiblemente a hidróxido de sodio.

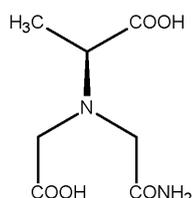
La etapa (c1) se puede iniciar añadiendo la solución resultante de la etapa (b) a una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino o añadiendo una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino a una solución resultante de la etapa (b). En otra realización, la solución resultante de la etapa (b) y una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino se añaden simultáneamente a un recipiente.

45 Cuando se calculan las cantidades estequiométricas de hidróxido que se añaden en la etapa (c1), la suma de grupos COOH y de grupos nitrilo a partir de la cantidad teórica total de dinitrilo (B) se multiplica por 3 y las cantidades de

álcali ya presentes de la etapa (a) y, opcionalmente, de la etapa (b), se restan.

La etapa (c1) puede realizarse a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C, preferiblemente de 40 a 70 °C. En el contexto de la etapa (c1) "temperatura" se refiere a la temperatura promedio.

- 5 Como resultado de la etapa (c1), se puede obtener una solución acuosa de la diamida respectiva y su respectiva sal de metal alcalino, siendo M un metal alcalino. Dicha solución también puede contener L-MGDA y la correspondiente monoamida y/o su sal de metálica mono o dialcalina.



La etapa (c2) puede realizarse a una temperatura en el intervalo de 130 a 195 °C, preferiblemente de 175 a 195 °C. En el contexto de la etapa (c1) "temperatura" se refiere a la temperatura promedio.

- 10 En una realización de la presente invención, la etapa (c2) tiene un tiempo de residencia promedio en el intervalo de 5 a 180 minutos.

- En realizaciones preferidas, el intervalo superior del intervalo de temperatura de la etapa (c2) tal como 190 a 195 °C se combina con un tiempo de residencia corto tal como 20 a 25 minutos, o el intervalo inferior del intervalo de temperatura de la etapa (c2) tal como 175 °C a 180 °C se combina con un tiempo de residencia más prolongado, tal como 50 a 60 minutos, o una temperatura media, tal como 185 °C, se combina con un tiempo de residencia medio, tal como 35 a 45 minutos.
- 15

La etapa (c2) se puede realizar en el mismo reactor que la etapa (c1), o, en el caso de un procedimiento continuo, en un reactor diferente.

- 20 En una realización de la presente invención, la etapa (c2) se lleva a cabo con un exceso de base de 1,01 a 1,2 moles de hidróxido por mol de grupo nitrilo.

Dependiendo del tipo de reactor en el que se realiza la etapa (c2), tal como un reactor ideal de flujo de pistón, el tiempo de residencia promedio puede reemplazarse por el tiempo de residencia.

- 25 En una realización de la presente invención, la etapa (c1) se lleva a cabo en un reactor de tanque agitado continuo y la etapa (c2) se lleva a cabo en un segundo reactor de tanque agitado continuo. En una realización preferida, la etapa (c1) se lleva a cabo en un reactor de tanque agitado continuo y la etapa (c2) se lleva a cabo en un reactor de flujo de pistón, tal como un reactor tubular.

En una realización de la presente invención, la etapa (c1) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión elevada, por ejemplo, de 1,05 a 6 bar. En otra realización, la etapa (c1) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión normal.

- 30 Especialmente en realizaciones en las que la etapa (c2) se lleva a cabo en un reactor de flujo de pistón, la etapa (c2) puede llevarse a cabo a presión elevada tal como de 1,5 a 40 bar, preferiblemente al menos 20 bar. La presión elevada se puede lograr con la ayuda de una bomba o mediante elevación de la presión autógena.

Preferiblemente, las condiciones de presión de los pasos (c1) y (c2) se combinan de tal forma que la etapa (c2) se lleva a cabo a una presión más alta que la etapa (c1).

- 35 Durante la etapa (c2), tiene lugar una racemización parcial. Sin desear estar ligado a ninguna teoría, es probable que la racemización tenga lugar en la etapa de la L-diamida anterior o de la L-MGDA.

En una realización de la presente invención, el procedimiento de la invención puede comprender etapas distintas de las etapas (a), (b) y (c) descritas anteriormente. Tales etapas adicionales pueden ser, por ejemplo, una o más etapas de decoloración, por ejemplo, con carbón activado o con peróxido tal como H₂O₂.

- 40 Una etapa adicional distinta de la etapa (a), (b) o (c) que se lleva a cabo preferiblemente después de la etapa (c2) es la extracción con nitrógeno o vapor para eliminar el amoníaco. Dicha extracción se puede llevar a cabo a

temperaturas en el intervalo de 90 a 110 °C. Mediante extracción con nitrógeno o aire, se puede eliminar el agua de la solución así obtenida. La extracción se lleva a cabo preferiblemente a una presión por debajo de la presión normal, tal como de 650 a 950 mbar.

5 En realizaciones en las que se desea una solución de la invención, la solución obtenida de la etapa (c2) se acaba de enfriar y, opcionalmente, se concentra eliminando parcialmente el agua. Si se requieren muestras secas de mezclas de la invención, el agua puede eliminarse mediante secado por aspersión o granulación por aspersión.

El procedimiento de la invención puede llevarse a cabo como un procedimiento por lotes, o como un procedimiento semicontinuo o continuo.

10 Un aspecto adicional de la presente invención es el uso de una mezcla de la invención o una solución de la invención para la fabricación de composiciones detergentes para ropa y de composiciones detergentes para productos de limpieza. Un aspecto adicional es un procedimiento para la fabricación de detergentes para ropa y de composiciones detergentes limpiadoras mediante el uso de una mezcla de la invención o una solución de la invención. Dependiendo de si se desea una mezcla en formulación acuosa o en forma seca, y dependiendo de si se desea una composición detergente líquida o sólida, se puede usar una solución acuosa de la invención o una mezcla de isómeros de la invención. La mezcla se puede realizar mediante etapas de formulación ya conocidas.

15 En particular, cuando la mezcla se lleva a cabo con una solución de la invención para la producción de composiciones detergentes sólidas para ropa o una composición detergente sólida para limpiadores, dicho uso es ventajoso porque permite agregar solo cantidades reducidas de agua para ser removida posteriormente, y permite una gran flexibilidad porque no hay ingredientes adicionales como polímeros, surfactantes o sales que de otro modo reduzcan la flexibilidad del fabricante del detergente.

20 En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención se pueden usar como tales para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o para composiciones detergentes para limpiadores. En otras realizaciones, las soluciones acuosas de la invención se pueden usar en forma total o preferiblemente parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para ropa o para composiciones detergentes para productos de limpieza. En una realización, las soluciones acuosas de la invención se pueden usar en forma total o preferiblemente parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, realizándose dicha neutralización con un ácido inorgánico (ácido mineral). Los ácidos inorgánicos preferidos se seleccionan de H₂SO₄, HCl y H₃PO₄. En otras realizaciones, las soluciones acuosas de la invención se pueden usar en forma total o preferiblemente parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, siendo dicha neutralización realizada con un ácido orgánico. Los ácidos orgánicos preferidos se seleccionan entre CH₃SO₃H, ácido acético, ácido propiónico y ácido cítrico.

25 En el contexto de la presente invención, el término "composición detergente para limpiadores" incluye limpiadores para el hogar y para aplicaciones industriales o institucionales. El término "composición detergente para limpiadores" incluye composiciones para lavar vajilla, especialmente lavado manual de vajillas, lavado automático de vajillas, y lavado general, y composiciones para limpieza de superficies duras tales como, pero sin limitarse a composiciones para limpieza de baños, limpieza de cocinas, limpieza de pisos, desincrustación de tuberías, limpieza de ventanas, limpieza de automóviles, incluida la limpieza de camiones, además, limpieza de planta abierta, limpieza en el lugar, limpieza de metales, limpieza con desinfectante, limpieza de granjas, limpieza a alta presión, pero no composiciones detergentes para ropa.

35 En el contexto de la presente invención y a menos que se indique expresamente lo contrario, los porcentajes en el contexto de los ingredientes de las composiciones detergentes para lavado de ropa son porcentajes en peso y se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente para lavado de ropa respectiva. En el contexto de la presente invención y a menos que se indique expresamente lo contrario, los porcentajes en el contexto de los ingredientes de la composición detergente para limpiadores son porcentajes en peso y se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente para limpiador.

40 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la presente invención pueden contener en el intervalo de 1 a 30 % en peso de la mezcla de la invención. Los porcentajes se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente respectiva para lavado de ropa.

50 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores según la presente invención pueden contener en el intervalo de 1 a 50 % en peso de la mezcla de la invención, preferiblemente de 5 a 40 % en peso e incluso más preferiblemente de 10 a 25 % en peso. Los porcentajes se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente respectiva para el cuidado en el hogar.

Particularmente, las composiciones detergentes ventajosas para lavado de ropa y las composiciones detergentes

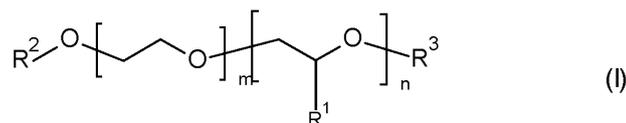
para limpiadores, especialmente para el cuidado del hogar, pueden contener uno o más agentes complejantes distintos de MGDA. Las composiciones detergentes ventajosas para limpiadores y las composiciones detergentes ventajosas para lavado de ropa pueden contener uno o más agentes complejantes (en el contexto de la presente invención también denominado secuestrante) distintos de una mezcla de acuerdo con la presente invención.

5 Ejemplos de secuestrantes distintos de una mezcla según la presente invención son GLDA, IDS (iminodisuccinato), citrato, derivados de ácido fosfónico, por ejemplo, la sal disódica del ácido hidroxietano-1,1-difosfónico ("HEDP") y polímeros con grupos complejantes tales como, por ejemplo, polietilenimina en la que del 20 al 90 % en moles de los átomos de N portan al menos un grupo CH₂COO⁻, y sus respectivas sales de metales alcalinos, especialmente sus sales de sodio, por ejemplo GLDA-Na₄, IDS-Na₄, y citrato trisódico, y fosfatos tales como STPP (tripolifosfato de sodio). Debido al hecho de que los fosfatos plantean problemas medioambientales, se prefiere que las composiciones detergentes ventajosas para limpiadores y composiciones detergentes ventajosas para lavado de ropa estén libres de fosfato. "Libre de fosfato" debe entenderse en el contexto de la presente invención, que significa que el contenido de fosfato y polifosfato es la suma en el intervalo de 10 ppm a 0,2 % en peso, determinado por gravimetría.

15 Las composiciones detergentes ventajosas para limpiadores y composiciones detergentes ventajosas para lavado de ropa pueden contener uno o más tensoactivos, preferiblemente uno o más tensoactivos no iónicos.

Los tensoactivos no iónicos preferidos son alcoholes alcoxilados, copolímeros di- y multibloque de óxido de etileno y óxido de propileno y productos de reacción de sorbitán con óxido de etileno u óxido de propileno, alquilpoliglicósidos (APG), éteres mixtos de hidroxialquilo y óxidos de amina.

20 Los ejemplos preferidos de alcoholes alcoxilados y alcoholes grasos alcoxilados son, por ejemplo, compuestos de fórmula general (I)



en el que las variables se definen de la siguiente manera:

25 R¹ es idéntico o diferente y se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₁₀ lineal, preferiblemente en cada caso idéntico y etilo y particularmente preferiblemente hidrógeno o metilo,

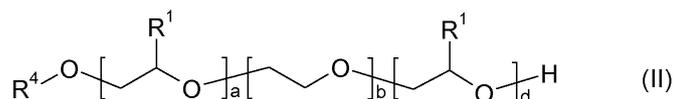
R² se selecciona entre alquilo C₈-C₂₂, ramificado o lineal, por ejemplo, n-C₈-H₁₇, n-C₁₀-H₂₁, n-C₁₂-H₂₅, n-C₁₄-H₂₉, n-C₁₆-H₃₃ o n-C₁₈-H₃₇,

30 R³ se selecciona de alquilo C₁-C₁₀, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, isopentilo, sec-pentilo, neopentilo, 1,2-dimetilpropilo, isoamilo, n-hexilo, isohexilo, sec-hexilo, n-heptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, n-nonilo, n-decilo o isodecilo,

m y n están en el intervalo de 0 a 300, en donde la suma de n y m es al menos uno, preferiblemente en el intervalo de 3 a 50. Preferiblemente, m está en el intervalo de 1 a 100 y n está en el intervalo de 0 a 30.

En una realización, los compuestos de fórmula general (I) pueden ser copolímeros de bloque o copolímeros aleatorios, dando preferencia a los copolímeros de bloque.

35 Otros ejemplos preferidos de alcoholes alcoxilados son, por ejemplo, compuestos de fórmula general (II)



en la que las variables se definen de la siguiente manera:

R¹ es idéntico o diferente y se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₁₀ lineal, preferiblemente idéntico en cada caso y etilo y particularmente preferiblemente hidrógeno o metilo,

40 R⁴ se selecciona de alquilo C₆-C₂₀, ramificado o lineal, en particular, n-C₈-H₁₇, n-C₁₀-H₂₁, n-C₁₂-H₂₅, n-C₁₃-H₂₇, n-C₁₅-H₃₁, n-C₁₄-H₂₉, n-C₁₆-H₃₃, o n-C₁₈-H₃₇,

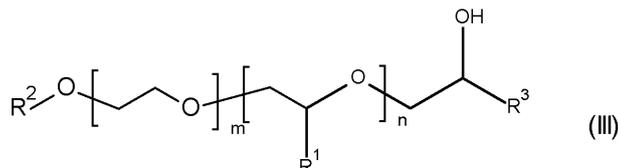
a es un número en el intervalo de 0 a 10, preferiblemente de 1 a 6,

b es un número en el intervalo de 1 a 80, preferiblemente de 4 a 20,

d es un número en el intervalo de 0 a 50, preferiblemente de 4 a 25.

5 La suma de a + b + d está preferiblemente en el intervalo de 5 a 100, incluso más preferiblemente en el intervalo de 9 a 50.

Los ejemplos preferidos para éteres mixtos de hidroxialquilo son compuestos de fórmula general (III)



en el que las variables se definen de la siguiente manera:

10 R¹ es idéntico o diferente y se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₁₀ lineal, preferiblemente en cada caso idéntico y etilo y particularmente preferiblemente hidrógeno o metilo,

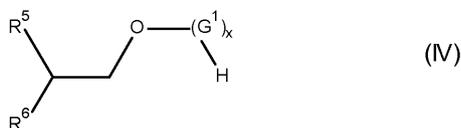
R² se selecciona de alquilo C₈-C₂₂, ramificado o lineal, por ejemplo, iso-C₁₁-H₂₃, iso-C₁₃-H₂₇, n-C₈-H₁₇, n-C₁₀-H₂₁, n-C₁₂-H₂₅, n-C₁₄-H₂₉, n-C₁₆-H₃₃ o n-C₁₈-H₃₇,

15 R³: se selecciona de C₁-C₁₈-alquilo, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, isopentilo, sec-pentilo, neopentilo, 1,2-dimetilpropilo, isoamilo, n-hexilo, isohexilo, sec-hexilo, n-heptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, n-nonilo, n-decilo, isodecilo, n-dodecilo, n-tetradecilo, n-hexadecilo y n-octadecilo.

Los números enteros m y n están en el intervalo de 0 a 300, en donde la suma de n y m es al menos uno, preferiblemente en el intervalo de 5 a 50. Preferiblemente, m está en el intervalo de 1 a 100 y n está en el intervalo de 0 a 30.

20 Los compuestos de fórmula general (II) y (III) pueden ser copolímeros de bloques o copolímeros aleatorios, prefiriéndose los copolímeros de bloques.

25 Otros tensoactivos no iónicos adecuados se seleccionan de copolímeros di y multibloque, compuestos de óxido de etileno y óxido de propileno. Otros tensoactivos no iónicos adecuados se seleccionan de ésteres de sorbitán etoxilados o propoxilados. También son adecuados óxidos de amina o poliglucósidos de alquilo, especialmente poliglucósidos de alquilo C₄-C₁₆ lineales y poliglucósidos de alquilo C₈-C₁₄ ramificados, tales como compuestos de fórmula promedio general (IV).



en la que los enteros se definen de la siguiente manera:

R⁵ es alquilo C₁-C₄, en particular etilo, n-propilo o isopropilo,

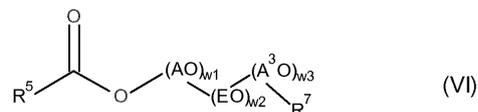
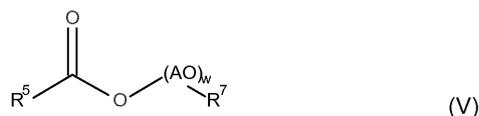
R⁶ es - (CH₂)₂-R⁵,

30 G¹ se selecciona de monosacáridos con 4 a 6 átomos de carbono, especialmente de glucosa y xilosa,

x en el intervalo de 1,1 a 4, siendo x un número promedio,

y es un número en el intervalo de 0 a 3.

Ejemplos adicionales de tensoactivos no iónicos son compuestos de fórmula general (V) y (VI)



AO se selecciona de óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno,

EO es óxido de etileno, CH₂-CH₂-O,

- 5 R⁷ seleccionado de alquilo C₈-C₁₈, ramificado o lineal

A³O se selecciona entre óxido de propileno y óxido de butileno,

w es un número en el intervalo de 15 a 70, preferiblemente de 30 a 50,

w₁ y w₃ son números en el intervalo de 1 a 5, y

w₂ es un número en el intervalo de 13 a 35.

- 10 Una visión general de tensoactivos no iónicos adicionales adecuados puede encontrarse en los documentos EP-A 0 851 023 y DE-A 198 19 187.

También pueden estar presentes mezclas de dos o más tensoactivos no iónicos diferentes.

Otros tensoactivos que pueden estar presentes se seleccionan de tensoactivos anfotéricos (zwitteriónicos) y tensoactivos aniónicos y mezclas de los mismos.

- 15 Ejemplos de tensoactivos anfóteros son aquellos que tienen una carga positiva y una carga negativa en la misma molécula en condiciones de uso. Los ejemplos preferidos de tensoactivos anfóteros son los llamados tensoactivos de betaína. Muchos ejemplos de tensoactivos de betaína contienen un átomo de nitrógeno cuaternizado y un grupo de ácido carboxílico por molécula. Un ejemplo particularmente preferido de tensoactivos anfóteros es cocoamidopropil betaína (lauramidopropil betaína).

- 20 Ejemplos de tensoactivos de óxido de amina son compuestos de fórmula general (VII)



en la que R¹⁰, R⁸ y R⁹ se seleccionan independientemente entre sí a partir de fracciones alifáticas, cicloalifáticas o alquilenos C₂-C₄, alquilamido C₁₀-C₂₀. Preferiblemente, R₁₀ se selecciona de alquilo C₈-C₂₀ o alquilenos C₂-C₄, alquilamido C₁₀-C₂₀ y R⁸ y R⁹ son ambos metilo.

- 25 Un ejemplo particularmente preferido es lauril dimetilaminóxido, algunas veces llamado también óxido de lauramina. Otro ejemplo particularmente preferido es el de cocamidilpropil dimetilaminóxido, algunas veces también denominado óxido de cocamidopropilamina.

- 30 Ejemplos de tensoactivos aniónicos adecuados son sales de metal alcalino y de amonio de alquilsulfatos C₈-C₁₈, de poliéter sulfatos de alcohol graso C₈-C₁₈, de semiésteres de ácido sulfúrico de alquilfenoles C₄-C₁₂ etoxilados (etoxilación: 1 a 50 mol de óxido de etileno/mol), alquil ésteres de ácido graso sulfo C₁₂-C₁₈, por ejemplo, de metil ésteres de ácido graso sulfo C₁₂-C₁₈, además de ácidos alquil sulfónicos C₁₂-C₁₈ y de ácidos alquil aril sulfónicos C₁₀-C₁₈. Se da preferencia a las sales de metales alcalinos de los compuestos mencionados anteriormente, particularmente preferiblemente las sales de sodio.

- 35 Otros ejemplos de tensoactivos aniónicos adecuados son jabones, por ejemplo, las sales de sodio o potasio de ácido esteárico, ácido oleico, ácido palmítico, éter carboxilatos y alquiléter fosfatos.

Preferiblemente, las composiciones detergentes para lavado de ropa contienen al menos un tensoactivo aniónico.

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para lavado de ropa pueden contener de 0,1 a 60 % en peso de al menos un tensoactivo, seleccionado de tensoactivos aniónicos, tensoactivos anfóteros y tensoactivos de óxido de amina.

- 5 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores pueden contener de 0,1 a 60 % en peso de al menos un tensoactivo, seleccionado de tensoactivos aniónicos, tensoactivos anfóteros y tensoactivos de óxido de amina.

En una realización preferida, las composiciones detergentes para limpiadores y especialmente para lavavajillas automáticos no contienen ningún tensoactivo aniónico.

- 10 Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden contener al menos un agente blanqueador, también denominado blanqueador. Los agentes blanqueadores pueden seleccionarse entre el blanqueador de cloro y el blanqueador de peróxido, y el blanqueador de peróxido puede seleccionarse entre el blanqueador de peróxido inorgánico y el blanqueador de peróxido orgánico. Se prefieren blanqueadores de peróxido inorgánicos, seleccionados entre percarbonato de metal alcalino, perborato de metal alcalino y persulfato de metal alcalino.
- 15

Ejemplos de blanqueadores de peróxido orgánico son ácidos percarboxílicos, especialmente ácidos percarboxílicos orgánicos.

- Los blanqueadores adecuados que contienen cloro son, por ejemplo, 1,3-dicloro-5,5-dimetilhidantoína, N-clorosulfamida, cloramina T, cloramina B, hipoclorito de sodio, hipoclorito de calcio, hipoclorito de magnesio, hipoclorito de potasio, dicloro isocianurato de potasio y dicloro isocianurato de sodio
- 20

Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender, por ejemplo, en el intervalo de 3 a 10 % en peso de blanqueador que contiene cloro.

- Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más catalizadores de blanqueo. Los catalizadores de blanqueo se pueden seleccionar a partir de sales de metales de transición potenciadores del blanqueamiento o complejos de metales de transición tales como, por ejemplo, complejos de sales de manganeso, hierro, cobalto, rutenio o molibdeno o complejos de carbonilo. También se pueden usar complejos de manganeso, hierro, cobalto, rutenio, molibdeno, titanio, vanadio y cobre con ligandos de trípede que contienen nitrógeno y también complejos de cobalto, hierro, cobre y rutenio-amina como catalizadores de blanqueo.
- 25

- Las composiciones detergentes para productos de limpieza y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más activadores de blanqueo, por ejemplo, sales de N-metilmorfolinio-acetonitrilo ("sales de MMA"), sales de trimetilamonio-acetonitrilo, N-acilimidazoles tales como, por ejemplo, N-nonanoilsuccinimida, 1,5-diacetil-2,2-dioxohexahidro-1,3,5-triazina ("DADHT") o cuaternarios de nitrilo (sales de trimetilamonio-acetonitrilo).
- 30

- Otros ejemplos de activadores de blanqueo adecuados son tetraacetilendiamina (TAED) y tetraacetilhexilendiamina.
- 35

- Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más inhibidores de corrosión. En el presente caso, debe entenderse que incluye aquellos compuestos que inhiben la corrosión del metal. Ejemplos de inhibidores de corrosión adecuados son triazoles, en particular benzotriazoles, bisbenzotriazoles, aminotriazoles, alquilaminotriazoles, también derivados de fenol tales como, por ejemplo, hidroquinona, pirocatecol, hidroxihidroquinona, ácido gálico, floroglucinol o pirogalol.
- 40

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa comprenden en total en el intervalo de 0,1 a 1,5 % en peso de inhibidor de corrosión.

- Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para el lavado de ropa pueden comprender uno o más aditivos, seleccionados entre aditivos orgánicos e inorgánicos. Ejemplos de aditivos inorgánicos adecuados son sulfato de sodio o carbonato de sodio o silicatos, en particular disilicato de sodio y metasilicato de sodio, zeolitas, silicatos en láminas, en particular los de la fórmula α - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, β - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ y δ - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, también sulfonatos de ácidos grasos, ácido α -hidroxipropiónico, malonatos de metales alcalinos, sulfonatos de ácidos grasos, disuccinatos de alquilo y alquenoilo, diacetato de ácido tartárico, monoacetato de ácido tartárico, almidón oxidado y aditivos poliméricos, por ejemplo, policarboxilatos y ácido poli-aspártico.
- 45
- 50

Ejemplos de aditivos orgánicos son especialmente polímeros y copolímeros. En una realización de la presente invención, los aditivos se seleccionan entre policarboxilatos, por ejemplo, sales de metales alcalinos de homopolímeros de ácido(met)acrílico o copolímeros de ácido(met)acrílico.

5 Los comonómeros adecuados son ácidos dicarboxílicos monoetilénicamente insaturados tales como ácido maleico, ácido fumárico, anhídrido maleico, ácido itacónico y ácido citracónico. Un polímero adecuado es en particular ácido poliacrílico, que preferiblemente tiene un peso molecular promedio P_m en el intervalo de 2.000 a 40.000 g/mol, preferiblemente de 2000 a 10 000 g/mol, en particular de 3.000 a 8.000 g/mol. También son adecuados policarboxilatos copoliméricos, en particular los de ácido acrílico con ácido metacrílico y de ácido acrílico o ácido metacrílico con ácido maleico y/o ácido fumárico, y en el mismo intervalo de peso molecular.

10 También es posible usar copolímeros de al menos un monómero del grupo que consiste en ácidos monocarboxílicos C_3 - C_{10} o dicarboxílicos C_4 - C_{10} o anhídridos de los mismos, tales como ácido maleico, anhídrido maleico, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido fumárico, ácido itacónico y ácido citracónico, con al menos un monómero hidrófilo o hidrófobo como se enumera a continuación.

15 Los monómeros hidrófobos adecuados son, por ejemplo, isobuteno, diisobuteno, buteno, penteno, hexeno y estireno, olefinas con 10 o más átomos de carbono o mezclas de los mismos, tales como, por ejemplo, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno, 1-octadeceno, 1-eicoseno, 1-docoseno, 1-tetracoseno y 1-hexacoseno, α -olefina C_{22} , una mezcla de α -olefinas C_{20} - C_{24} y poliisobuteno que tiene un promedio de 12 a 100 átomos de carbono por molécula.

20 Los monómeros hidrófilos adecuados son monómeros con grupos sulfonato o fosfonato, y también monómeros no iónicos con función hidroxilo o grupos óxido de alquileo. A modo de ejemplo, se pueden citar: alcohol alílico, isoprenol, (met)acrilato de metoxipolietilenglicol, (met)acrilato de metoxipolipropilenglicol, (met)acrilato de metoxipolibutilenglicol, (met)acrilato de metoxipoli(óxido de propileno-co-óxido de etileno), (met)acrilato de etoxipolietilenglicol, (met)acrilato de etoxi-polipropilenglicol, (met)acrilato de etoxipolibutilenglicol y (met)acrilato de etoxipoli(óxido de propileno-co-etileno). Los polialquilenglicoles en la presente memoria pueden comprender de 3 a 25 50, en particular de 5 a 40 y especialmente de 10 a 30 unidades de óxido de alquileo por molécula.

30 Los monómeros que contienen grupos de ácido sulfónico particularmente preferidos en la presente memoria son ácido 1-acrilamido-1-propanosulfónico, ácido 2-acrilamido-2-propanosulfónico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido 2-metacrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido 3-metacrilamido-2-hidroxi-propanosulfónico, ácido alilsulfónico, ácido metalilsulfónico, ácido aliloxibencenosulfónico, ácido metaliloxibencenosulfónico, ácido 2-hidroxi-3-(2-propenilo)propanosulfónico, ácido 2-metil-2-propeno-1-sulfónico, ácido estirenosulfónico, ácido vinilsulfónico, acrilato de 3-sulfopropilo, metacrilato de 2-sulfoetilo, metacrilato de 3-sulfopropilo, sulfometacrilamida, sulfometilmetacrilamida y sales de dichos ácidos, tales como sus sales de sodio, potasio o amonio.

Los monómeros que contienen grupos fosfonato particularmente preferidos son ácido vinilfosfónico y sus sales.

35 Un ejemplo adicional de aditivos es carboximetil inulina.

Además, los polímeros anfóteros también se pueden usar como aditivos.

Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención pueden comprender, por ejemplo, en el intervalo desde en total 10 a 70 % en peso, preferiblemente hasta 50 % en peso, de aditivo. En el contexto de la presente invención, MGDA no se cuenta como aditivo.

40 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención pueden comprender uno o más coaditivos.

Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más antiespumantes, seleccionados por ejemplo de aceites de silicona y aceites de parafina.

45 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa comprenden en total en el intervalo de 0,05 a 0,5 % en peso de antiespumante.

Las composiciones detergentes para limpiadores y detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención pueden comprender una o más enzimas. Ejemplos de enzimas son lipasas, hidrolasas, amilasas, proteasas, celulasas, esterasas, pectinasas, lactasas y peroxidases.

50 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la presente invención pueden comprender, por ejemplo, hasta 5 %

en peso de enzima, dando preferencia a 0,1 a 3 % en peso. Dicha enzima puede ser estabilizada, por ejemplo, con la sal de sodio de al menos un ácido carboxílico C₁-C₃ o ácido dicarboxílico C₄-C₁₀. Se prefieren formiatos, acetatos, adipatos y succinatos.

5 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para productos de limpieza y las composiciones detergentes para lavado de ropa según la invención comprenden al menos una sal de zinc. Las sales de zinc se pueden seleccionar de sales de zinc solubles en agua e insolubles en agua. En relación con esto, dentro del contexto de la presente invención, insoluble en agua se usa para referirse a aquellas sales de zinc que, en agua destilada a 25 °C, tienen una solubilidad de 0,1 g/L o menos. Las sales de zinc que tienen una mayor solubilidad en agua se denominan en consecuencia dentro del contexto de la presente invención como sales de zinc solubles en agua.

10 En una realización de la presente invención, la sal de zinc se selecciona de benzoato de zinc, gluconato de zinc, lactato de zinc, formiato de zinc, ZnCl₂, ZnSO₄, acetato de zinc, citrato de zinc, Zn(NO₃)₂, Zn(CH₃SO₃)₂ y zinc galato, preferiblemente ZnCl₂, ZnSO₄ acetato de zinc, citrato de zinc, Zn(NO₃)₂, Zn(CH₃SO₃)₂ y galato de zinc.

15 En otra realización de la presente invención, la sal de zinc se selecciona de ZnO, ZnO hidratado, Zn(OH)₂ y ZnCO₃. Se da preferencia a ZnO hidratado

En una realización de la presente invención, la sal de zinc se selecciona de óxidos de zinc con un diámetro promedio de partícula (promedio en peso) en el intervalo de 10 nm a 100 µm.

20 El catión en la sal de zinc puede estar presente en forma de complejo por ejemplo, complejo con ligandos de amoníaco o ligandos de agua, y en particular estar presente en forma hidratada. Para simplificar la notación, en el contexto de la presente invención, los ligandos generalmente se omiten si son ligandos de agua.

Dependiendo de cómo se ajusta el pH de la mezcla de acuerdo con la invención, la sal de zinc puede cambiar. Por lo tanto, es posible, por ejemplo, usar acetato de zinc o ZnCl₂ para preparar la formulación de acuerdo con la invención, pero esto se convierte a un pH de 8 o 9 en un ambiente acuoso en ZnO, Zn(OH)₂ o ZnO hidratado, que puede estar presente en forma no complejada o en forma complejada.

25 La sal de zinc puede estar presente en aquellas composiciones detergentes para limpiadores de acuerdo con la invención que son sólidas a temperatura ambiente, preferiblemente están presentes en forma de partículas que tienen, por ejemplo, un diámetro promedio (promedio numérico) en el intervalo de 10 nm a 100 µm, preferiblemente 100 nm a 5 µm, determinado por ejemplo mediante dispersión de rayos X.

30 La sal de zinc puede estar presente en aquellas composiciones detergentes para el hogar que son líquidas a temperatura ambiente en forma disuelta o en forma sólida o coloidal.

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa comprenden en total en el intervalo de 0,05 a 0,4 % en peso de sal de zinc, con base en cada caso en el contenido de sólidos de la composición en cuestión.

35 En la presente memoria, la fracción de sal de zinc se presenta como zinc o iones de zinc. A partir de esto, es posible calcular la fracción del contraión.

40 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención están libres de metales pesados aparte de compuestos de zinc. Dentro del contexto de la presente invención, esto puede entenderse que significa que las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa según la invención están libres de aquellos compuestos de metales pesados que no actúan como catalizadores de blanqueo, en particular de compuestos de hierro y de bismuto. Dentro del contexto de la presente invención, debe entenderse que "libre de" en relación con compuestos de metales pesados significa que el contenido de compuestos de metales pesados que no actúan como catalizadores de blanqueo está en resumen en el intervalo de 0 a 100 ppm, determinado por el procedimiento de lixiviación y basado en el contenido de sólidos. Preferiblemente, la formulación de acuerdo con la invención tiene, aparte de zinc, un contenido de metal pesado por debajo de 0,05 ppm, con base en el contenido de sólidos de la formulación en cuestión. La fracción de zinc no está incluida.

En el contexto de la presente invención, se considera que los "metales pesados" son todos los metales con una densidad específica de al menos 6 g/cm³ con la excepción del zinc. En particular, los metales pesados son metales como bismuto, hierro, cobre, plomo, estaño, níquel, cadmio y cromo.

50 Preferiblemente, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para el lavado de ropa de acuerdo con la invención no comprenden fracciones mensurables de compuestos de bismuto, es decir, por

ejemplo, menores a 1 ppm.

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes según la presente invención comprenden uno o más ingredientes adicionales tales como fragancias, colorantes, disolventes orgánicos, reguladores, desintegrantes para comprimidos, y/o ácidos tales como ácido metilsulfónico.

- 5 Las composiciones detergentes preferidas a modo de ejemplo para lavavajillas automáticos se pueden seleccionar de acuerdo con la tabla 1.

Tabla 1: Ejemplo de composiciones detergentes para lavavajillas automáticos

Todas las cantidades en g/muestra	ADW.1	ADW.2	ADW.3
mezcla de la invención, ee: 30,6 %	30	22,5	15
Proteasa	2,5	2,5	2,5
Amilasa	1	1	1
n-C ₁₈ H ₃₇ -O(CH ₂ CH ₂ O) ₉ H	5	5	5
Ácido poliacrílico P _m 4.000 g/mol como sal de sodio, completamente neutralizada	10	10	10
Percarbonato de sodio	10,5	10,5	10,5
TAED	4	4	4
Na ₂ Si ₂ O ₅	2	2	2
Na ₂ CO ₃	19,5	19,5	19,5
Citrato de sodio dihidratado	15	22,5	30
HEDP	0,5	0,5	0,5
polietilenimina etoxilada, 20 EO/grupo NH, M _n : 30.000 g/mol	opcionalmente: 0,1	opcionalmente: 0,1	opcionalmente: 0,1

- 10 Las composiciones detergentes para el lavado de ropa de acuerdo con la invención son útiles para el lavado de cualquier tipo de ropa y de cualquier tipo de fibras. Las fibras pueden ser de origen natural o sintético, o pueden ser mezclas de fibras naturales y sintéticas. Ejemplos de fibras de origen natural son algodón y lana. Ejemplos de fibras de origen sintético son fibras de poliuretano como Spandex® o

Lycra®, fibras de poliéster o fibras de poliamida. Las fibras pueden ser fibras individuales o partes de textiles tales como género de punto, tejidos o no tejidos.

La invención se ilustra adicionalmente mediante ejemplos de trabajo.

- 15 Observaciones generales:

- 20 El valor de ee se determinó mediante HPLC usando una columna Chirex 3126; (D)-penicilamina, 5µm, 250 x 4,6mm. La fase móvil (eluyente) fue una solución acuosa de CuSO₄ 0,5 mM. Inyección: 10 µL, flujo: 1,5 mL/min. Detección por luz UV a 254 nm. Temperatura: 20 °C. El tiempo de ejecución fue de 25 min. El valor de ee se determinó como la diferencia del % de área del pico L-MGDA y D-MGDA dividido por la suma del % de área del pico L-MGDA y D-MGDA. Preparación de la muestra: se cargó un matraz de medición de 10 mL con 5 mg de material de ensayo y luego se llenó hasta el aforo con el eluyente y luego se homogeneizó.

En cada caso, la solubilidad se calculó para referirse a MGDA puro, sin agua de hidratación.

I. Síntesis de mezclas de la invención

Con la excepción de los valores de ee, los porcentajes en el contexto de los ejemplos se refieren al porcentaje en peso a menos que se indique expresamente lo contrario.

5 I.1 Síntesis de una solución de L-alanina parcialmente neutralizada, Etapa (a.1)

Se cargó un matraz agitado de 5 litros con 2.100 g de agua desionizada y se calentó a 40 °C. Se añadieron 1.200 g de L-alanina (13,47 mol, 98 % ee). A la suspensión resultante se añadieron 700 g de solución de hidróxido de sodio acuoso al 50 % en peso (8,75 mol) durante un período de 30 minutos. Durante la adición, la temperatura se elevó a 60 °C. Después de completar la adición del hidróxido de sodio, se agitó la suspensión a 60 °C durante 30 minutos. Se obtuvo una solución clara.

Se prepararon muestras de L-MGDA-Na₃ acuoso de acuerdo con el documento WO 2012/150155, página 4, líneas 26 y sucesivas.

I.2 Síntesis de soluciones acuosas de L-MGDA-Na₃, etapas (b.1) y saponificación

Se cargó un matraz agitado de 5 litros con 500 mL de agua y se calentó a 40 °C. A continuación, se añadieron 2.373 g de solución de L-alanina de acuerdo con la etapa (a.1) (8,00 mol), 1627 g de solución acuosa de formaldehído al 30 % en peso (16,27 moles) y 220 g de cianuro de hidrógeno (8,15 mol) simultáneamente en un lapso de 60 minutos. Luego, se añadieron 220 g adicionales de cianuro de hidrógeno (8,15 mol) a 40 °C en un lapso de 60 minutos. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 60 minutos adicionales a 40 °C. La solución resultante de dinitrilo (B) y 1.600 g de hidróxido de sodio (solución acuosa al 50 %, 20 mol) se añadieron simultáneamente en el lapso de 160 minutos a otro matraz agitado de 5 litros a una velocidad constante. Durante esa adición, la temperatura se mantuvo entre 28 y 32 °C por enfriamiento externo. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se sometió a reflujo durante 6 horas entre 90 y 95 °C para completar la saponificación y eliminar cualquier exceso de amoníaco. La mezcla de reacción resultante se trató con carbón activado. La solución acuosa resultante contenía 38,00 % en peso de L-MGDA-Na₃ y 0,08 % en peso de nitrilotriacetato trisódico (NTA-Na₃). El exceso enantiomérico de L-MGDA-Na₃ (94,3 %) se determinó mediante el procedimiento de HPLC mencionado anteriormente.

La solución acuosa anterior de MGDA se tomó como material de partida para investigar el comportamiento de racemización de L-MGDA-Na₃: 6 g de la solución se cargaron en un tubo de presión. Este tubo se selló y luego se atemperó durante un período de tiempo definido (tabla 2) a 120 °C o 180 °C, respectivamente. Luego, la solución se enfrió a temperatura ambiente y el exceso enantiomérico se determinó por HPLC.

Tabla 2: calentamiento de L-MGDA-Na₃ (6 g de solución acuosa al 38 %, exceso de 0,15 mol de NaOH/mol de MGDA) en un tubo de presión sellado:

#	Temperatura [°C]	Período [min]	L-MGDA-Na ₃ [%]	D-MGDA-Na ₃ [%]	ee [%]
C-0	-	-	97,1	2,9	94,3
C-(c2.1)	120	60	94,4	5,6	88,8
(c2.2)	180	20	78,3	21,7	56,6
(c2.3)	180	40	61,3	38,7	22,6
(c2.4)	180	60	55,8	44,2	11,6

C-0 y C- (c2.1) son experimentos de comparación.

Las mezclas de la invención así obtenidas normalmente tienen un contenido de NTA-Na₃ de 0,05 % en peso con respecto a la solución total. A diferencia de la mezcla obtenida de C-(c2.1), las mezclas de la invención mostraron un excelente comportamiento olfativo, y tenían una baja tendencia al amarillamiento.

1.2 Síntesis de soluciones acuosas de mezclas de la invención, etapas (b.1) y (c1.1) y (c2.5) a (c2.7), procedimiento continuo

5 La síntesis continua de aproximadamente 40 % de mezclas de la invención se llevaron a cabo en cascada de 6 reactores tanque agitados, con un volumen total de 8,5 L. La mezcla de reacción pasó consecutivamente a los 6 reactores de tanque agitados (STR.1 a STR.6). El último reactor de tanque agitado que se pasó, STR.6, se conectó a un reactor tubular, TR.7. En los primeros tres reactores de tanque agitados, STR.1 a STR.3, se sintetizó dinitrilo (B) y STR.1 a STR.3 se operaron a 40 °C. El tiempo promedio de residencia en STR.1 a STR.3 fue de 45 a 90 minutos en total. En los tres reactores de tanque agitados STR.4 a STR.6 se llevó a cabo la saponificación. STR.4 a STR.6 se operaron a 60 °C. El tiempo promedio de residencia en STR.4 a STR.6 fue de 170 a 400 min en total. La saponificación se completó luego en el reactor tubular TR.7 que se hizo funcionar con un perfil de temperatura de 130 a 195 °C. La eliminación de amoníaco final se realizó en una columna a presión normal usando vapor. El formaldehído (solución acuosa al 30 %), una solución acuosa de L-alanina (I) y su sal de sodio obtenida según I.1 y 80 % en mol del HCN requerido se añadieron a STR.1, el 20 % restante del HCN requerido se añadió a STR.2, la solución de hidróxido de sodio requerida se añadió en STR.4.

15 Las relaciones molares de los materiales de alimentación fueron las siguientes:

Suma de L-alanina y su sal de sodio: 1,00,

Formaldehído = 1,95 a 2,05,

HCN = 1,95 a 2,10 y

20 Hidróxido de sodio = 3,15 (cantidad total de hidróxido de sodio, incluido el hidróxido de sodio agregado en la etapa (a.1).

Las soluciones al 40 % en peso de las mezclas de la invención así obtenidas normalmente tenían un contenido de NTA- Na_3 de 0,05-0,10 % con respecto a la solución total respectiva. Mostraron un excelente comportamiento olfativo, y tenían una baja tendencia al amarillamiento.

Tabla 3: Influencia de la temperatura y el tiempo de residencia de la etapa (c2.5) a (c2.7)

	Temperatura [°C]	Tiempo de residencia para la etapa (c2) [min]	ee [%]
(c2.5)	180	70	10,0
(c2.6)	180	30	30,6
(c2.7)	178	30	36,2

25 II. Determinación de solubilidad

30 La solubilidad de las mezclas de la invención y de los experimentos de comparación se determinó con un aparato que permitía calentar y enfriar soluciones líquidas. La temperatura (o concentración) de la solubilidad inicial se determinó enfriando primero una solución al 50 % en peso de la mezcla de la invención respectiva (o de L-MGDA puro, o de MGDA racémico) para comenzar la precipitación de MGDA, velocidad de enfriamiento: 30 °C/h. A continuación, la suspensión de cristales de MGDA así obtenida se calentó de nuevo a una velocidad de 1 °C/h hasta que se obtuvo una solución clara. La suspensión/solución se verificó en cuanto a partículas sólidas mediante detección de dispersión de luz visible.

35 Las pruebas anteriores proporcionaron la temperatura mínima, T_{sol} , para formar una solución cinéticamente estable al 50 % en peso de la mezcla respectiva de isómeros. Una de temperatura más alta T_{sol} se relaciona con una menor solubilidad a temperatura ambiente.

Tabla 4: valor de correlación ee frente a T_{sol}

Valor ee (%)	T _{sol} [°C]
0	103,8
10,1	74,5
20,0	74,0
50,0	68,1
70,0	59,5
97,7	37,0

III. Determinación de estabilidad frente a álcali fuerte

5 Se realizaron los siguientes ensayos de tolerancia: se mezclaron 25 g de una solución acuosa al 40 % en peso de la mezcla de la invención respectiva (o de MGDA racémico) bajo una hora de agitación con la cantidad de perlas de NaOH sólidas de acuerdo con la tabla 5. La mezcla así obtenida se almacenó a temperatura ambiente durante un período de hasta 96 horas. Luego, la apariencia se caracterizó por una inspección visual. Los resultados se resumen en la tabla 5.

Tabla 5: Aspecto de las soluciones de prueba después de 96 h de almacenamiento

NaOH adicionado [g]	MGDA Racémico	MGDA: 50 % ee
0	Líquido claro	Líquido claro
0,5	Líquido claro	Líquido claro
1,0	Líquido claro	Líquido claro
1,5	Líquido turbio*	Líquido claro
2,0	Líquido turbio*	Líquido claro
2,5	turbio, precipitado**	Líquido claro
* después de 48 horas		
** inmediatamente después de la adición de NaOH		

REIVINDICACIONES

1. Mezcla de enantiómeros L y D del ácido metilglicinodiacético (MGDA) o sus respectivas sales de metal mono, di o trialcalino o mono, di o triamonio, conteniendo dicha mezcla predominantemente el respectivo isómero L con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo del 10 al 75 %.
- 5 2. Mezcla de acuerdo con la reivindicación 1, seleccionándose los enantiómeros de las sales trisódicas de MGDA.
3. Mezcla de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, siendo dicha mezcla predominantemente el isómero L con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo del 12,5 al 60 %.
- 10 4. Mezcla de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que contiene en el intervalo del 0,1 al 10 % en peso una o más impurezas ópticamente inactivas, seleccionándose al menos una de las impurezas de ácido iminodiacético, ácido fórmico, ácido glicólico, ácido propiónico, ácido acético y sus respectivas sales de metal alcalino o mono, di o triamonio.
5. Solución acuosa que contiene en el intervalo del 40 al 60 % en peso una mezcla de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.
- 15 6. Solución acuosa de acuerdo con la reivindicación 5, en donde dicha solución acuosa está libre de polímero orgánico.
7. Solución acuosa de acuerdo con las reivindicaciones 5 o 6, en la que dicha solución acuosa contiene adicionalmente al menos una sal inorgánica seleccionada entre hidróxidos de metal alcalino y carbonatos de metal alcalino.
- 20 8. Procedimiento para preparar una mezcla de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 o una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de
- (a) disolver en agua una mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino,
- (b) convertir en un dinitrilo dicha mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino con formaldehído y ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino,
- 25 (c) saponificación del dinitrilo resultante de la etapa (b) en dos etapas (c1) y (c2) a diferentes temperaturas, empleando cantidades estequiométricas de hidróxido o un exceso de 1,01 a 1,5 moles de hidróxido por suma molar de grupos COOH y grupos nitrilo del dinitrilo de la etapa (b).
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la etapa (c1) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C y la etapa (c2) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 175 a 195 °C.
- 30 10. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 8 o 9, en el que la etapa (c2) tiene un tiempo de residencia promedio en el intervalo de 20 a 60 minutos.
11. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en el que la etapa (c2) se lleva a cabo con un exceso de base de 1,01 a 1,2 moles de hidróxido por suma molar de grupos COOH y nitrilo del dinitrilo de la etapa (b).
- 35 12. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en el que la etapa (c2) se lleva a cabo a una presión más alta que la de la etapa (c1).
13. Uso de una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa y de composiciones detergentes para limpiadores.
- 40 14. Uso de una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 en forma total o parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, efectuándose dicha neutralización con un ácido inorgánico.
15. Uso de una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 en forma total o parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, efectuándose dicha neutralización con un ácido orgánico.