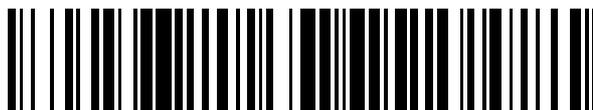


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 670 770**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

C07C 233/47 (2006.01)

C07D 233/64 (2006.01)

C07D 207/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.08.2014 PCT/US2014/050219**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.02.2015 WO15026538**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.08.2014 E 14755276 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.02.2018 EP 3036214**

54 Título: **Proceso para la preparación de sales de N-acil aminoácidos**

30 Prioridad:

19.08.2013 US 201361867500 P

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

01.06.2018

73 Titular/es:

**STEPAN COMPANY (100.0%)
22 West Frontage Road
Northfield, Illinois 60092, US**

72 Inventor/es:

**WANG, BING y
DADO, GREGORY, P.**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 670 770 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

Proceso para la preparación de sales de N-acil aminoácidos

5 **Campo de la invención**

La invención se refiere a procesos para la preparación de sales de N-acil aminoácidos.

10 **Antecedentes de la invención**

Las sales de N-acil aminoácidos son tensioactivos aniónicos útiles en detergentes para el lavado de ropa, limpiadores domésticos o industriales, espumantes, emulsionantes, limpiadores personales y otras aplicaciones. Debido a que con frecuencia son excepcionalmente suaves, las sales son particularmente valiosas para formulaciones para el cuidado personal.

15 En general, las sales de N-acil aminoácidos se han infrutilizado, debido al menos en parte a problemas en su fabricación. Pueden hacerse sales de N-acil aminoácidos a partir de los cloruros de acilo grasos correspondientes y sales de aminoácidos usando la química de Schotten-Baumann (véase, por ejemplo, *J. Am. Chem. Soc.* 78 (1956) 172 y la Patente de los EE.UU. N.º 6.703.517), pero este proceso es caro y genera una cantidad equimolar de subproducto de sal indeseable. En un método de síntesis alternativo, un ácido graso se hace reaccionar con un amino alcohol para proporcionar una amida grasa, que después se oxida para proporcionar el N-acil aminoácido (véase, por ejemplo, la Patente de los EE.UU. N.º 8.093.414). Este proceso se ve obstaculizado por rendimientos relativamente bajos, bajas selectividades en la etapa de oxidación, el uso de catalizadores de metales preciosos y la necesidad de un tratamiento orgánico convencional.

25 En otros procesos conocidos, la sal de N-acil aminoácido se hace a partir de un ácido graso. Por ejemplo, el documento EP 1672055 y en la Publicación de Solicitud de Patentes de los EE.UU. N.º 2006/0239952 describen la síntesis de N-acil glicinatos haciendo reaccionar un ácido graso con glicina. Este proceso genera una proporción relativamente alta de subproductos di y tripeptídicos (di y triglicinatos), que pueden ser o pueden no ser deseables dependiendo del uso previsto; la conversión en el producto monoacilado es de aproximadamente el 92 %. La Patente de los EE.UU. N.º 3.836.551 enseña a hacer reaccionar ácidos grasos con sales de aminoácidos ya sea en la fase fluida fundida (es decir, sin un disolvente), en solución usando un disolvente aprótico polar (tal como dimetilsulfóxido o N,N-dimetilformamida) o en suspensión con un disolvente orgánico no polar (por ejemplo, xileno). Los tiempos de reacción normales son de aproximadamente 9 horas y los subproductos no se analizan. Generalmente, la vía de los ácidos grasos además se prefiere menos ya que requiere una alta temperatura de reacción, que conduce a un desarrollo de color no deseable en la sal de N-acil aminoácido.

30 La Patente de los EE.UU. N.º 5.898.084 describe la preparación de sales de N-acil aminoácidos haciendo reaccionar un mono, di o triglicérido con una sal de aminoácido en presencia de una base fuerte. En los Ejemplos, el aceite de colza (un triglicérido) se hace reaccionar con sarcosinato de sodio en presencia de metóxido de sodio/metanol y la reacción continúa hasta que ya no se detectan glicéridos. Le sigue un tratamiento final orgánico normal. La referencia indica que la glicerina producida en el curso de la reacción ya sea permanece en la mezcla de reacción o se retira parcial o totalmente en el tratamiento convencional. Cuando concluye la reacción, la mezcla es normalmente una pasta viscosa.

45 También se han utilizado ésteres de alquilo grasos como materiales de partida. La Patente de los EE.UU. N.º 5.856.538 enseña a hacer reaccionar un éster de alquilo graso (por ejemplo, oleato de metilo) con una sal de aminoácido y un exceso molar del 30-150 % de una base fuerte, por ejemplo, solución de metóxido de sodio/metanol (véase de la columna 2, línea 65 a la columna 3, línea 2 y los Ejemplos 2 y 3). Se usa sarcosinato de sodio en los Ejemplos, aunque se enseñan como adecuadas otras sales de aminoácidos. La patente '538 enseña (columna 3, líneas 22-27) que la reacción normalmente se realiza "a presión atmosférica, aunque es posible usar presión autógena o presión elevada, no tiene ventajas adicionales". El documento WO 95/07881 enseña un método de preparación de N-acil sarcosinatos a partir de ésteres grasos. La referencia indica que pueden usarse disolventes de alcohol (por ejemplo, 1-propanol, 1-butanol, alcohol isobutílico, propilenglicol, etilenglicol) para reducir la viscosidad durante la reacción de amidación. En los Ejemplos, el disolvente se usa para retirar agua mediante destilación azeotrópica.

50 Publicaciones recientes de Unilever describen la preparación de N-acil amido tensioactivos grasos a partir de ésteres de alquilo grasos y sales de aminoácidos en un poliol de bajo peso molecular tal como glicerol o propilenglicol como medio de reacción (véanse las Publicaciones de Patente de los EE.UU. N.º 2013/0029899, 2013/0030197, 2013/0030198, 2013/0030199, 2013/0030200, 2013/0030201, 2013/0030202 y 2013/0030203). Ejecuciones comparativas usando agua, alcoholes o tolueno en lugar de glicerol proporcionaron rendimientos muy bajos. Los catalizadores que se enseñan para el proceso incluyen "hidróxidos, fosfatos, sulfatos y óxidos que contienen metales alcalinos y alcalinotérreos incluyendo óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido de bario, óxido de sodio, óxido de potasio, hidróxido de calcio, fosfato de magnesio y mezclas de los mismos" (véase la publicación '203 en el párrafo [0031]). Se usa óxido de calcio en los Ejemplos.

La preparación de sales de N-acil aminoácidos es particularmente difícil cuando los reactivos son ésteres de alquilo grasos (en particular ésteres de metilo grasos) y glicinatos de metales alcalinos, como en la preparación de cocoil glicinato de sodio, miristil glicinato de sodio o lauril glicinato de sodio. Esta reacción es problemática debido a la falta de compatibilidad de reactivos, a la solidificación de la mezcla de reacción a temperaturas de proceso elevadas, al desarrollo de color, a la formación grave de espuma durante la retirada del metanol y a la generación significativa de subproductos. Con demasiada frecuencia, no pueden encontrarse condiciones que proporcionen sales de N-acil aminoácidos de color suave en alto rendimiento con una generación mínima de jabones de ácidos grasos y subproductos dipeptídicos.

En suma, se necesita un proceso mejorado para hacer sales de N-acil aminoácidos. En particular, la industria necesita un proceso que evite la generación de sal y los problemas de selectividad de otras vías conocidas. Preferentemente, las dificultades particulares que complican la preparación de N-acil glicinatos a partir de ésteres de alquilo grasos podrían superarse. Un proceso ideal sería proporcionar altos rendimientos de sales de N-acil aminoácidos de color suave con una proporción reducida de jabones de ácidos grasos y subproductos dipeptídicos.

Sumario de la invención

En un aspecto, la invención se refiere a la preparación de composiciones de sal de N-acil aminoácido y un proceso mejorado para hacerlas a partir de ésteres de alquilo grasos. El proceso comprende hacer reaccionar un éster de alquilo graso con una sal de aminoácido en presencia de un catalizador de alcóxido. La reacción se realiza a una presión de al menos 135,5 kPa (5 psig). Se usa al menos un 10 por ciento molar de catalizador basándose en la cantidad de éster de alquilo graso utilizado como reactivo. Hemos descubierto sorprendentemente que se necesitan presión y un nivel mínimo de un catalizador de alcóxido para proporcionar grados de conversión altos de éster de alquilo graso y buenos rendimientos de la sal de N-acil aminoácido deseada. Las composiciones de sal de N-acil aminoácido resultantes, que pueden formularse a niveles altos de agentes activos, tienen color suave, un nivel aceptable de jabones de ácido graso y una pequeña proporción de subproductos diacilados.

En otro aspecto, la invención se refiere a una forma mejorada para aislar una sal de N-acil aminoácido. En este proceso, la sal de N-acil aminoácido se aísla de materiales de partida sin reaccionar (éster de alquilo graso, sal de aminoácido) en la composición de sal de N-acil aminoácido mediante la formación de una suspensión de la composición en un alcohol C₁-C₄, la recuperación de la sal de N-acil aminoácido de la suspensión y el secado de la sal de N-acil aminoácido. En el presente documento se describe adicionalmente una mezcla monofásica que comprende un éster de alquilo graso y una sal de aminoácido. La mezcla monofásica puede comprender al menos el 10 % molar, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso, de un catalizador de alcóxido. En otro aspecto, la mezcla monofásica comprende una mezcla de sal de aminoácido; esta mezcla de sal comprende una sal de aminoácido no de glicinato y al menos un 20 % molar de una sal de glicinato. En otro aspecto, la mezcla monofásica comprende al menos un exceso del 30 % molar del éster de alquilo graso o al menos un exceso del 30 % molar de la sal de aminoácido. Los inventores han descubierto sorprendentemente que conseguir una mezcla monofásica de materiales de partida mediante uno de los métodos anteriores es valioso para conseguir buenas conversiones cuando se hacen reaccionar sales de aminoácidos con ésteres de alquilo grasos para proporcionar las sales de N-acil aminoácido correspondientes.

Descripción detallada de la invención

En un proceso de la invención, un éster de alquilo graso reacciona con una sal de aminoácido en presencia de catalizador de alcóxido suficiente a presión para proporcionar una composición de sal de N-acil aminoácido.

Son ésteres de alquilo grasos adecuados ésteres de alquilo inferior de ácidos grasos saturados o insaturados, lineales o ramificados. El éster de alquilo graso puede hacerse, por ejemplo, mediante esterificación de un ácido graso con un alcohol o mediante transesterificación de un triglicérido, que normalmente es una grasa o aceite animal o vegetal, con un alcohol. En consecuencia, la porción grasa del éster normalmente tendrá 6-22 átomos de carbono con una mezcla de cadenas saturadas e internamente insaturadas.

En un aspecto preferido, el éster de alquilo graso es un éster de alquilo inferior obtenido mediante fraccionamiento. Por tanto, la saponificación de una grasa o aceite proporciona un ácido graso, que puede hacerse reaccionar con un alcohol inferior para proporcionar una mezcla de ésteres, normalmente ésteres de metilo. El fraccionamiento de esta mezcla proporciona ésteres de alquilo grasos que tienen un intervalo promedio deseado de número de carbonos. Como alternativa, la grasa o aceite se transesterifica con un alcohol para proporcionar los ésteres en una sola etapa antes del fraccionamiento.

Dependiendo de la fuente, el éster graso puede tener una preponderancia de componente C₁₆-C₂₂. Por ejemplo, la metanólisis del aceite de soja proporciona los ésteres de metilo saturados de los ácidos palmítico (C₁₆) y esteárico (C₁₈) y los ésteres de metilo insaturados de los ácidos oleico (C₁₈ monoinsaturado), linoleico (C₁₈ diinsaturado) y α -linolénico (C₁₈ triinsaturados). Ésteres de alquilo grasos preferidos derivan de ácidos grasos C₆-C₂₂ o sus mezclas, preferentemente ácidos grasos C₈-C₁₈ o sus mezclas. En algunos casos, pueden preferirse ácidos grasos C₁₂-C₁₄. Los Ejemplos incluyen caprato de metilo, miristato de metilo, laurato de metilo y ésteres de metilo a partir de aceite

de coco. Ésteres de alquilo grasos preferidos derivan de alcanoles C₁-C₄, preferentemente ésteres de metilo o etilo, mucho más preferentemente ésteres de metilo.

5 Son sales de aminoácidos adecuadas las sales de metales alcalinos y metales alcalinotérreos de aminoácidos. El aminoácido puede ser, por ejemplo, alanina, valina, leucina, isoleucina, fenilalanina, triptófano, metionina, ácido aspártico, ácido glutámico, glicina, sarcosina, serina, treonina, cisteína, tirosina, glutamina, lisina, arginina e histidina. Los aminoácidos preferidos tienen un grupo amino primario. Se prefieren sales de metales alcalinos, en particular sales de sodio y potasio, de aminoácidos seleccionados entre glicina, alanina, glutamina, ácido glutámico y ácido aspártico. Se prefieren en particular los glicinatos. Los Ejemplos 1-18 a continuación ilustran la preparación de sales de N-acil aminoácidos a partir de glicina, alanina y glutamina.

15 La relación molar de sal de aminoácido a éster de alquilo graso puede variar en un amplio intervalo y la relación preferida para su uso dependerá de la identidad de la sal de aminoácido, la identidad del éster de alquilo graso, la capacidad para formar una mezcla monofásica de materiales de partida con la relación molar seleccionada y otros factores. Por ejemplo, cuando se usa un glicinato como la sal de aminoácido, puede ser aceptable e incluso puede preferirse usar cantidades aproximadamente equimolares de los reactivos, mientras que con otras combinaciones de sales de aminoácidos y ésteres de alquilo grasos, puede ser más deseable usar un exceso del éster de metilo graso o un exceso de la sal de aminoácido. Por tanto, cuando se usa un glicinato como la sal de aminoácido, puede preferirse una relación molar de sal de aminoácido a éster de alquilo graso en el intervalo de 0,9:1 a 1,1:1. Cuando no se usa un glicinato, puede ser más deseable un exceso de la sal de aminoácido, por ejemplo, una relación molar de sal de aminoácido a éster de alquilo graso en el intervalo de 3:1 a 1,3:1, preferentemente de 2:1 a 1,5 a 1. En otros aspectos, se prefiere un exceso del éster de alquilo graso, por ejemplo, una relación molar de éster de alquilo graso a sal de aminoácido en el intervalo de 3:1 a 1,3:1, preferentemente de 2:1 a 1,5:1. Sorprendentemente, los inventores han descubierto que para las sales de aminoácidos no de glicinato, cuando se usa un exceso de uno de los reactivos, puede ser más fácil generar una mezcla monofásica de materiales de partida y esto puede conducir a una mejor conversión (véase la Tabla 3, a continuación).

30 La reacción del éster de alquilo graso y sal de aminoácido se realiza en presencia de un catalizador de alcóxido. Se prefieren alcóxidos de metales alcalinos tales como metóxido de sodio, metóxido de potasio, etóxido de sodio y similares. Los inventores han descubierto sorprendentemente que otros catalizadores alcalinos, incluyendo hidróxidos de metales alcalinos, carbonatos de metales alcalinos y óxidos de metales alcalinotérreos, son mucho menos eficaces para conseguir un grado de conversión deseablemente alto de éster de alquilo graso y un rendimiento deseablemente alto de sal de N-acil aminoácido.

35 La cantidad de catalizador de alcóxido utilizado también importa. Inesperadamente, los inventores han descubierto que las conversiones de ésteres de alquilo grasos y los rendimientos de sales de N-acil aminoácidos son inaceptables cuando el catalizador de alcóxido se usa en una cantidad inferior al 10 por ciento en moles basándose en la cantidad de éster de alquilo graso. Por tanto, en el proceso de la invención, se usa al menos un 10 por ciento molar, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso, del catalizador de alcóxido. Una cantidad preferida de catalizador de alcóxido es del 12 al 50 por ciento molar, más preferentemente del 12 al 30 por ciento molar, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso. Como se muestra en los Ejemplos a continuación, cuando se usa menos del 10 por ciento molar del catalizador de alcóxido, los rendimientos de la sal de N-acil aminoácido son normalmente del 30 % o menos (véase la Tabla 2, Ejemplos Comparativos 19-25).

45 Los catalizadores de alcóxido están disponibles en el mercado en forma sólida o como soluciones en el alcohol del que deriva el alcóxido, tales como metóxido de sodio/metanol, etóxido de potasio/etanol o t-butóxido de potasio/alcohol t-butílico. El alcóxido es preferentemente un alcóxido C₁-C₆, más preferentemente un alcóxido C₁-C₄ y mucho más preferentemente un alcóxido C₁ o C₂. El alcohol es normalmente un alcohol C₁-C₁₀, preferentemente un alcohol C₁-C₆, más preferentemente un alcohol C₁-C₄ y no es necesario que sea el mismo alcohol del que deriva el alcóxido, aunque esto se prefiere. Los más preferidos son metóxido de sodio/metanol, metóxido de potasio/metanol, etóxido de sodio/etanol y etóxido de potasio/etanol. Los Ejemplos 6 y 13-15 a continuación ilustran el uso de alcoholes distintos de metanol.

55 En algunos aspectos, el proceso puede realizarse en presencia de un disolvente orgánico añadido (por ejemplo, alcoholes, éteres, ésteres, hidrocarburos, haluros, amidas o similares). Son disolventes orgánicos preferidos alcoholes, especialmente el alcohol del que deriva el catalizador de alcóxido (por ejemplo, metanol cuando el catalizador es metóxido de sodio). Por tanto, puede ser deseable añadir un alcohol para complementar el alcohol que se suministra con el catalizador y/o se genera a partir de la reacción de la sal de aminoácido con el éster de alquilo graso. El alcohol añadido puede ser igual o diferente del alcohol del que deriva el catalizador o del alcohol liberado a partir del éster de alquilo graso. Preferentemente, el alcohol añadido es igual que el que está presente en el catalizador y también es igual que el alcohol liberado a partir del éster de alquilo graso. Por tanto, en un aspecto preferido, el catalizador es metóxido de sodio o metóxido de sodio/metanol, el éster de alquilo graso es un éster de metilo graso y el disolvente adicional es metanol. La cantidad de disolvente orgánico añadido generalmente no es crítica y dependerá de muchos factores. Preferentemente, la cantidad del disolvente orgánico utilizado estará dentro del intervalo del 1 al 200 % en peso, más preferentemente del 15 al 100 % en peso, incluso más preferentemente del 40 al 80 % en peso y mucho más preferentemente del 50 al 70 % en peso, basándose en la cantidad de éster de

alquilo graso.

5 La reacción del éster de alquilo graso y la sal de N-acil aminoácido se realiza a una presión de al menos 135,5 kPa (5 psig) (es decir, 34,5 kPa (5 psi) por encima de la presión atmosférica ambiental). Preferentemente, la presión está dentro del intervalo de 135,5 a 445,7 kPa (de 5 a 50 psig), más preferentemente de 135,5 a 307,8 kPa (de 5 a 30 psig). Los inventores han descubierto sorprendentemente que cuando se usa una base de alcóxido, incluso un poco de presión añadida es valiosa para convertir el éster de alquilo graso en la sal de N-acil aminoácido deseada. Compárense, por ejemplo, los resultados con catalizador de metóxido de sodio al 22 por ciento molar a presión atmosférica (101 kPa/0 psig) en metanol a reflujo a 65 °C (Tabla 2, Ejemplos Comparativos 28 y 29) o

10 metanol/isopropanol a reflujo a 75 °C (Tabla 2, Ejemplo comparativo 30) frente a los resultados a baja presión (149,3 kPa/7 psig) en metanol a 66 °C (Tabla 1, Ejemplo 12). En las reacciones realizadas a presión atmosférica, el rendimiento de la sal de aminoácido es esencialmente cero. Por otro lado, con el mismo nivel de catalizador a baja presión, la sal de aminoácido se obtiene en un rendimiento del 78 %.

15 Sin embargo, la presión sola no es la respuesta. Cuando se usan otros catalizadores básicos (por ejemplo, NaOH, K₂CO₃, CaO) a 307,8 a 342,3 kPa (30-35 psig), los rendimientos son bajos o inexistentes (véase la Tabla 2, Ejemplos Comparativos 27, 31 y 32).

20 La reacción puede realizarse a cualquier temperatura conveniente. Preferentemente, la reacción se realiza a una temperatura dentro del intervalo de 65 °C a 200 °C, más preferentemente de 65 °C a 130 °C, mucho más preferentemente de 65 °C a 100 °C.

25 En un aspecto preferido, el proceso se realiza usando una combinación de temperatura y presión relativamente bajas, en particular, a una temperatura de 65 °C a 100 °C, más preferentemente de 75 °C a 95 °C y a una presión dentro del intervalo de 135,5 kPa (5 psig) a 307,8 kPa (30 psig), más preferentemente de 169,9 kPa (10 psig) a 273,4 kPa (25 psig). En estas condiciones relativamente suaves, se descubrió que es posible hacer sales de N-acil aminoácidos de color suave, preferentemente N-acil glicinatos, con un alto rendimiento (93+ %), evitando al mismo tiempo la formación de subproductos diacilados (N-acil dipéptidos) y minimizando al mismo tiempo el nivel de jabón de ácido graso formado (véase la Tabla 1, Ejemplos 16-18).

30 Puede usarse un poliol si se desea, aunque no es necesario ninguno. En algunos casos, puede incluirse un poliol en una cantidad eficaz para mantener la mezcla de reacción fluida. Cuando se usa, el poliol es preferentemente glicerina, propilenglicol o una mezcla de los mismos. "Fluida" significa que la mezcla de reacción mantiene buenas propiedades de flujo a la temperatura de reacción; permanece agitable y bombeable con una demanda de energía razonable. La cantidad de cualquier poliol utilizado dependerá de la longitud de cadena del éster graso, la naturaleza de la sal de aminoácido y poliol, la temperatura de reacción y otros factores. Cuando se incluye un poliol, se prefiere usar al menos el 3 % en peso, más preferentemente al menos el 10 % en peso, basándose en las cantidades combinadas de poliol, éster de alquilo graso y sal de aminoácido. Los Ejemplos 2-5 y 7 a continuación (Tabla 1) ilustran el uso de glicerina como poliol en el proceso de la invención.

40 Preferentemente, la mezcla de reacción tendrá una viscosidad final inferior a 10,000 cP, más preferentemente inferior a 1000 cP y mucho más preferentemente inferior a 200 cP, donde cada viscosidad se mide a la temperatura de reacción de amidación.

45 La conversión de la sal de aminoácido en la sal de N-acil aminoácido se realiza en cualquier grado deseado. Para algunas aplicaciones de uso final, puede ser deseable convertir solo una porción de la sal de aminoácido, proporcionando de este modo una mezcla del éster de alquilo graso y el producto de amidación. Preferentemente, sin embargo, al menos el 85 % molar de la sal de aminoácido se convierte en la sal de N-acil aminoácido. Más preferentemente, al menos el 90 % molar de la sal de aminoácido se convierte en la sal de N-acil aminoácido.

50 El proceso de la invención hace posible minimizar la proporción de subproductos di y triacilados (también denominados en el presente documento "di y tripéptidos" o "N-acil dipéptidos" y "N-acil tripéptidos") generados. Preferentemente, la cantidad de subproductos diacilados es inferior al 10 % molar, más preferentemente es inferior al 5 % molar, basándose en las cantidades combinadas de sal de N-acil aminoácido y subproductos.

55 La reacción del éster de alquilo graso y la sal de aminoácido tiene lugar en condiciones lo suficientemente básicas para provocar una reacción de hidrólisis competitiva cuando hay presente algo de agua. Por tanto, normalmente se hidroliza algo del éster de alquilo graso para proporcionar una sal de ácido graso ("jabón"). Preferentemente, el agua se excluye sustancialmente de la reacción de amidación, pero una pequeña proporción de agua es aceptable, especialmente cuando las condiciones de reacción son lo suficientemente suaves. Dependiendo del proveedor, las sales de aminoácidos se proporcionan con contenidos de agua variables, a veces de hasta el 5 % en peso o más. Como se muestra en la Tabla 1, los inventores descubrieron que la cantidad de jabón generado puede minimizarse cuando las condiciones de reacción son lo suficientemente suaves, por ejemplo, a temperaturas dentro del intervalo de 65 °C a 100 °C y a presiones de 135,5 kPa (5 psig) a 307,8 kPa (30 psig). Preferentemente, la sal de N-acil aminoácido se genera con menos del 20 por ciento molar, preferentemente menos del 10 por ciento molar, incluso más preferentemente el 5 por ciento molar o menos del jabón de ácido graso correspondiente. Como se muestra en

los ejemplos comparativos (Tabla 2), puede ser difícil conseguir niveles bajos de jabón de ácido graso.

El producto deseado es una sal de N-acil aminoácido. Las sales tienen amplia utilidad como tensioactivos aniónicos y son útiles en industrias tales como el cuidado personal, los detergentes para el lavado de ropa, el tratamiento de tejidos, los limpiadores industriales o domésticos, la polimerización de emulsiones, el blanqueamiento y los productos químicos de yacimientos petrolíferos, entre otras. Los N-acil glicinatos y los N-acil sarcosinatos, en particular las sales de metales alcalinos son de particular interés en aplicaciones de cuidado personal tales como jabones líquidos, champús, pastillas de jabón, jabones de manos líquidos y similares. El uso de glicerina o propilenglicol como agente fluidificante para el proceso de la invención puede ser beneficioso, en particular para productos de cuidado personal normalmente formulados para incluir glicerina o propilenglicol. En consecuencia, puede no haber necesidad de retirar cualquier glicerina o propilenglicol utilizados para preparar la sal de N-acil aminoácido.

La preparación de sales de N-acil aminoácidos puede ser un desafío cuando los reactivos son ésteres de metilo grasos y glicinatos de metales alcalinos. Esta reacción es problemática debido a la falta de compatibilidad de reactivos, la solidificación de la mezcla de reacción a temperaturas de proceso elevadas, el desarrollo del color, la formación grave de espuma durante la retirada del metanol y la generación significativa de subproductos. La falta de disponibilidad, hasta ahora, de un proceso muy económico ha obstaculizado probablemente la utilización amplia de los N-acil glicinatos, que son tensioactivos aniónicos excepcionalmente suaves, en el cuidado personal y otras aplicaciones.

Las sales de N-acil aminoácidos hechas mediante el proceso de la invención tienen un color suave. Preferentemente, las sales tienen un color APHA, medido de acuerdo con la norma ASTM D 1209 usando una solución acuosa al 20 % en peso en una célula de 40 mm, inferior a 100, preferentemente inferior a 50. El color suave es deseable, especialmente para la mayoría de las aplicaciones de cuidado personal, aunque no es necesariamente fácil de conseguir. Cuando se usa óxido de calcio como catalizador, por ejemplo, el color APHA tiende a ser mucho más fuerte (véase la Tabla 2, Ejemplo Comparativo 26).

Pueden formularse mezclas acuosas que comprendan las sales de N-acil aminoácidos a niveles altos de agentes activos. Aunque puede ser difícil formular composiciones acuosas de tensioactivo a niveles altos de agentes activos, los inventores han descubierto que composiciones acuosas que comprenden las sales de N-acil aminoácidos de la invención demuestran una buena compatibilidad a contenidos de agentes activos de al menos el 20 % en peso, preferentemente de al menos el 35 % en peso y de hasta el 50 % en peso. Generalmente, los niveles de agentes activos más altos están disponibles cuando no se incluye un disolvente de poliol.

En resumen, cuando se incluyen presión y suficiente cantidad de una base de alcóxido, pueden generarse composiciones de sal de N-acil aminoácido que tienen color suave, contenido bajo de jabón de ácido graso y una proporción reducida de subproductos diacilados, en condiciones suaves, con alto rendimientos y con buenas conversiones.

En otro aspecto, la invención se refiere a una forma mejorada para aislar una sal de N-acil aminoácido. En este proceso, la sal de N-acil aminoácido se aísla de materiales de partida sin reaccionar (éster de alquilo graso, sal de aminoácido) en la composición de sal de N-acil aminoácido mediante la formación de una suspensión de la composición en un alcohol C₁-C₄, la recuperación de la sal de N-acil aminoácido de la suspensión y el secado de la sal de N-acil aminoácido. Los alcoholes C₁-C₄ son bien conocidos e incluyen, por ejemplo, metanol, etanol, 1-propanol, isopropanol, 1-butanol, 2-butanol, isobutanol, terc-butanol y similares y mezclas de los mismos. Se prefieren metanol y etanol. Se prefiere particularmente el metanol. En general, se usa suficiente del alcohol C₁-C₄ para formar una suspensión de la sal de N-acil aminoácido (y materiales de partida sin reaccionar) en el alcohol. Preferentemente, la relación en peso de alcohol a sal de aminoácido está dentro del intervalo de 2:1 a 100:1, más preferentemente dentro del intervalo de 3:1 a 10:1. La sal de N-acil aminoácido puede recuperarse de la suspensión mediante cualquier medio adecuado, incluyendo decantación, filtración, centrifugación o similares. Es conveniente filtrar la suspensión a través de vidrio poroso o similar, seguido de lavado de la sal de N-acil aminoácido con alcohol C₁-C₄ adicional. Después, la sal se seca a temperatura ambiente o superior mediante cualquier método deseado para retirar cualquier alcohol restante. En el presente documento se describe adicionalmente una mezcla monofásica que comprende un éster de alquilo graso, una sal de aminoácido y al menos el 10 % molar, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso, de un catalizador de alcóxido. Como se usa en el presente documento, "mezcla monofásica" se refiere a una mezcla de los *materiales de partida* para hacer la sal de N-acil aminoácido. Por "monofásica", los inventores quieren decir que la mezcla de materiales de partida es un líquido o una suspensión homogénea que no tiene una fase separada de éster de alquilo graso. Los inventores han descubierto sorprendentemente que cuando los materiales de partida se combinan y se mezclan brevemente en condiciones ambientales y como resultado se produce una mezcla monofásica líquida de los reactivos, la reacción posterior de los materiales de partida consigue, generalmente de forma satisfactoria, grados de conversión altos de las sales de aminoácidos en las correspondientes sales de N-acil aminoácidos. Cabe señalar que mientras la reacción está en progreso, puede haber presentes una o más fases en la mezcla de reacción. Sin embargo, antes de que la reacción tenga lugar en un grado significativo, la mezcla de materiales de partida será una mezcla monofásica; es decir, la separación de fases sustancial del líquido de éster de alquilo graso no será evidente. Por el contrario, cuando se

combinan los materiales de partida que se han de usar (incluyendo el disolvente de alcohol) y una fase de éster de alquilo graso se separa de la sal de aminoácido sólida, la reacción de una mezcla de este tipo por lo general proporcionará una conversión relativamente baja del éster de alquilo graso en la sal de N-acil aminoácido deseada. Esto proporciona una herramienta útil para predecir el resultado de la reacción de acilación.

5 No todas las combinaciones de éster de alquilo graso, sal de aminoácido y un exceso del 10 % molar de catalizador de alcóxido proporcionan una mezcla monofásica. Los inventores han descubierto que, aunque las sales de glicinato son relativamente tolerantes para proporcionar una mezcla monofásica, otras sales de aminoácidos son menos tolerantes (véanse los resultados en la Tabla 3, a continuación). Aunque no se desea quedar ligado a teoría particular alguna, parece que la integración de los reactivos en una sola fase es valiosa para conseguir grados de conversión altos cuando las sales de aminoácidos se hacen reaccionar con ésteres de alquilo grasos para proporcionar las correspondientes sales de N-acil aminoácidos.

15 En algunos aspectos, una mezcla monofásica puede comprender la sal de aminoácido, el éster de alquilo graso y al menos el 10 % molar, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso, de un catalizador de alcóxido. Los ejemplos de la Tabla 1 a continuación satisfacen esta descripción.

20 En otro aspecto, la mezcla monofásica comprende una mezcla de sal de aminoácido; esta mezcla sal comprende una sal de aminoácido no de glicinato y al menos un 20 % molar, preferentemente al menos un 30 % molar, de una sal de glicinato. Como ilustran los resultados de la Tabla 3 (columna 3) a continuación, incluir un 30 % molar de glicinato de sodio (basándose en la cantidad total de sales de aminoácidos), además de la sal de aminoácido enumerada y la base de alcóxido, proporciona un aumento espectacular en la conversión en la sal de N-acil aminoácido deseada. La mejora de la conversión puede deberse a la capacidad de los materiales de partida para formar una monofase en presencia de esta proporción del glicinato.

25 En otro aspecto, la mezcla monofásica comprende al menos un exceso del 30 % molar, preferentemente al menos un exceso del 40 % molar y mucho más preferentemente al menos un exceso del 50 % molar, del éster de alquilo graso. Como alternativa, la mezcla monofásica comprende al menos un exceso del 30 % molar, preferentemente al menos un exceso del 40 % molar y mucho más preferentemente al menos un exceso del 50 % molar, de la sal de aminoácido. Como se muestra en la Tabla 3 (columnas 4 y 5), para muchos aminoácidos, un exceso ya sea del éster de alquilo graso o de la sal de aminoácido parece funcionar mejor para conseguir grados de conversión altos en las sales de N-acil aminoácidos que el uso de una relación molar 1:1 de éster de alquilo graso a sal de aminoácido. Una vez más, esta mejora inesperada en la conversión puede deberse a la capacidad de los materiales de partida para formar más fácilmente una mezcla monofásica cuando se usa un exceso de un reactivo.

35 Los siguientes ejemplos meramente ilustran la invención. Los expertos en la materia reconocerán muchas variaciones que están dentro del alcance de las reivindicaciones.

40 Preparación de un N-acil glicinato: Procedimiento de ejemplo

Un reactor Parr de acero inoxidable de 200 ml se carga con laurato de metilo (70,0 g, 0,315 mol), glicinato de sodio (31,0 g, 0,317 mol), metóxido de sodio (solución al 30 % en peso en metanol, 10,8 g, 0,060 mol, 19 % molar basándose en la cantidad de laurato de metilo) y se añade metanol (50 g, 33 % en peso basándose en la cantidad de materiales de partida cargados). El reactor se cierra herméticamente, se calienta a 130 °C (a 445,7 kPa/50 psig) y se agita a 200 rpm durante 5 h. La mezcla de reacción se enfría a temperatura ambiente y la presión se libera lentamente. El polvo resultante se transfiere a una placa de cristalización y se seca durante la noche para retirar el metanol residual. Se añade agua para proporcionar una mezcla acuosa de la sal de N-lauril glicinato de concentración deseada.

50 El procedimiento descrito en el presente documento generalmente se sigue usando los reactivos y condiciones esbozados en la Tabla 1 para hacer N-lauril glicinato y otras sales de N-acil aminoácidos. El porcentaje de conversión de éster de metilo graso, el rendimiento de sal de N-acil aminoácido y el contenido de subproductos (N-acil dipéptidos y jabón de ácido graso) se determinan mediante RMN ¹H. El producto fundido se enfría a temperatura ambiente y se diluye con agua para proporcionar una solución acuosa. El color APHA se mide usando una solución acuosa al 20 % en peso de la sal de N-acil aminoácido (norma ASTM D 1209).

60 El metanol es un disolvente excelente para la preparación de sales de N-acil aminoácidos. Para algunas aplicaciones de cuidado personal, puede ser deseable retirar el metanol o evitarlo por completo. Algunas opciones para la producción de N-lauril glicinatos "sin metanol":

1. Etanol o IPA como disolvente. Realizar la reacción en etanol o isopropanol, después extraer el exceso de disolvente de la mezcla acuosa de N-lauril glicinato (aproximadamente 1 h a 100 °C, presión atmosférica). Este método requiere tan poco como 1,8:1 (p:p) agua a lauril glicinato de sodio para retirar el disolvente.
2. Etanol o IPA como agente azeotrópico. Realizar la reacción en metanol, pero añadir una cantidad aproximadamente equimolar de etanol o isopropanol como disolvente de destilación azeotrópica (aproximadamente 2 h a 100 °C, presión atmosférica). Este método usa aproximadamente 2,5:1 (p:p) agua a

lauril glicinato de sodio para retirar los disolventes.

3. Extracción en agua. Realizar la reacción en metanol y usar solamente agua para extraer el metanol (aproximadamente 2 h a 100 °C, presión atmosférica). Este método usa aproximadamente 7:1 (p:p) agua a lauril glicinato de sodio para retirar el metanol.

5

Preparación de N-acil aminoácidos: Aislamiento de polvo de N-acil glicinato

10 Un reactor Parr de acero inoxidable de 200 ml se carga con laurato de metilo (70,0 g, 0,315 mol), glicinato de sodio (31,0 g, 0,317 mol), metóxido de sodio (solución al 30 % en peso en metanol, 10,8 g, 0,060 mol, 19 % molar basándose en la cantidad de laurato de metilo) y se añade metanol (50 g, 33 % en peso basándose en la cantidad de materiales de partida cargados). El reactor se cierra herméticamente, se calienta a 130 °C (a 445,7 kPa/50 psig) y se agita a 200 rpm durante 5 h. La mezcla de reacción se enfría a temperatura ambiente y la presión se libera lentamente.

15 Se añade metanol al polvo húmedo para formar una suspensión. Después, la suspensión se filtra a través de un embudo de vidrio poroso grueso y se lava con metanol para recoger la sal de N-acil glicinato en forma de un polvo. Después de secar en un horno (60 °C) durante la noche, el polvo está esencialmente libre de metanol y cualquier material de partida residual. El filtrado se concentra, se analiza para determinar las proporciones de laurato de metilo y/o glicinato de sodio y se reutiliza para hacer sal de N-acil glicinato adicional.

20

Tabla 1. Ejemplos de la invención: Preparación de sales de N-acil aminoácidos

Ej.	NaOMe (% molar)	ROH* (% en peso)	Glicerina (% en peso)	Pres (kPa/psig)	Temp (°C)	Tiempo (h)	Conv. (% molar)	Rendimiento de SAAA (% molar)	Jabón de AG (% molar)	N-acil dipéptidos (% molar)	Color de APHA	Notas
1	19	33	0	446/50	130	5	92	70	17	2,3	371	
2	15	25	12	446/50	116	6	95	67	23	3,7	74	
3	15	23	5,6	446/50	115	4	94	74	15	1,4	33	
4	12	23	5,6	446/50	115	4	90	75	13	1,5	70	se usó la parte final de la destilación de 3
5	19	23	10	342/35	110	4	99	81	14	1,7	25	
6	15	32	0	273/25	105	6	100	89	9	0	26	BuOH como disolvente
7	14	30	3,4	411/45	115	4	88	70	14	1,2	78	aumento a escala 2 veces
8	22	39	0	218/17	87	7	98	82	13	0	35	cat. alto, T y P bajas
9	20	39	0	163/9	75	4	62	56	3,6	0	-	conversión incompleta
10	30	39	0	570/68	123	4	75	63	7,1	0	-	alanina como reactivo
11	22	32	0	501/58	112	4	56	47	6,5	0	-	glutamina como reactivo
12	22	39	0	149/7	66	6	88	78	7	0	21	ejecución a baja presión
13	22	42	0	184/12	92	16	92	82	7,7	0,7	42	EtOH como disolvente
14	20	40	0	142/6	75	16	85	33	16	0	-	IPA como disolvente
15	20	40	0	377/40	120	3	99	83	12	0	74	IPA como disolvente
16	18	35	0	239/20	90	4	97	93	3,5	0	10	
17	20	35	0	239/20	90	3	99	94	5	0	-	
18	15	40	0	204/15	85	4	96	93	3	0	-	

* ROH es metanol y el aminoácido es glicina a menos que se indique lo contrario en las notas; la cantidad de alcohol es en % en peso basado en la cantidad de materiales de partida cargados. La cantidad de NaOMe es el % molar basado en la cantidad de éster de metilo graso cargado. La conversión es en % molar basado en el éster de metilo graso. "Rendimiento de SAAA" es el rendimiento en % molar de sal de N-acil aminoácido. Jabón de AG (% molar) es la cantidad de sal de ácido graso (jabón). Color APHA (norma ASTM D 1209) medido a una concentración del 20 % usando una célula de 40 mm.

Tabla 2. Ejemplos comparativos: Preparación de sales de N-acil aminoácidos

Ej.	NaOMe (% molar)	ROH* (% en peso)	Glicerina (% en peso)	Pres (kPa/psig)	Temp (°C)	Tiempo (h)	Conv. (% molar)	Rendimiento de SAAA (% molar)	Jabón de AG (% molar)	N-acil dipéptidos (% molar)	Color de APHA	Notas
C19	3,5	28	0	384/41	110	2	7	3,5	3	-	-	
C20	4,4	30	0	456/50	115	7	50	32	8	-	-	
C21	4,7	25	9,3	528/62	125	8	57	28	18	-	-	
C22	6	33	0	446/50	115	24	54	30	17	4,5	-	
C23	6	33	0	756/95	135	5	46	29	15	2,6	-	
C24	9,5	40	7,4	597/72	125	16	92	52	33	7,5	-	
C25	9,7	26	9,5	446/50	125	6,5	50	27	17	1,6	-	
C26	7 CaO	0	31	0	125	5	100	61	23	6,6	>500	CaO
C27	22 CaO	39	0	307/30	100	16	58	27	29	0,6	-	más CaO, presión
C28	22	39	0	101/0	65	2	0	0	23	0	-	reflujo en MeOH
C29	22	39	0	101/0	65	16	4	0	40	0	-	reflujo en MeOH
C30	22	39	0	101/0	75	6	29	0	20	0	-	reflujo en IPA/MeOH
C31	20 K ₂ CO ₃	42	0	307/30	115	6	8	0	0	0	-	K ₂ CO ₃ / EtOH
C32	20 NaOH	40	0	342/35	115	3,5	41	0	36	0	-	NaOH

* ROH es metanol y el aminoácido es glicina a menos que se indique lo contrario en las notas; la cantidad de alcohol es en % en peso basado en la cantidad de materiales de partida cargados. La cantidad de NaOMe u otra base es el % molar basado en la cantidad de éster de metilo graso cargado. La conversión es en % molar basado en el éster de metilo graso. "Rendimiento de SAAA" es el rendimiento en % molar de sal de N-acil aminoácido. Jabón de AG (% molar) es la cantidad de sal de ácido graso (jabón). Color APHA (norma ASTM D 1209) medido a una concentración del 20 % usando una célula de 40 mm.

Efecto de la mezcla monofásica

El procedimiento descrito anteriormente para hacer N-acil glicinatos se usa generalmente con Steposol® C-42 (mezcla de laurato de metilo/miristato de metilo) y sales de los aminoácidos identificados en la Tabla 3.

5 Como se muestra en la columna 2 de Tabla 3, la reacción deja mucho librado al azar cuando no se usa glicina. Cuando se combinan sales de serina y alanina con Steposol® C-42 y la base de alcóxido, se genera una mezcla monofásica de los materiales de partida y la reacción de esta mezcla proporciona buenos grados de conversión (67-87 %) para las sales de N-acil aminoácidos. Por el contrario, otras sales de aminoácidos forman una mezcla bifásica de materiales de partida con Steposol® C-42 y la base alcóxido, y la reacción de la mezcla bifásica proporciona un 10 50 % o menos del producto deseado.

15 En otra serie de experimentos, el procedimiento se modifica mediante la inclusión de un 30 % molar de glicinato de sodio (basándose en la cantidad total de sales de aminoácidos) además de la sal de aminoácido enumerada y base de alcóxido (Tabla 3, columna 3). Como se muestra en la tabla, los grados de conversión aumentan dramáticamente en presencia de glicinato de sodio añadido, lo que casualmente ayuda a generar una mezcla monofásica de los reactivos.

20 En otros experimentos, el procedimiento se modifica nuevamente, no mediante la inclusión de algún glicinato, sino mediante la alteración de las proporciones de Steposol® C-42 y la sal de aminoácido. En una serie (Tabla 3, columna 4), se usa un exceso molar 1,5:1 del éster de metilo. En otra serie (Tabla 3, columna 5), se usa un exceso molar 1,5:1 de la sal de aminoácido. Curiosamente, un exceso de *cualquiera* de los reactivos supera una relación molar 1:1. La mejora notable en la conversión puede deberse al menos en parte a la capacidad para conseguir una 25 mezcla monofásica de los materiales de partida cuando se usa un exceso de cualquiera de los reactivos.

Tabla 3. Preparación de sales de N-acil aminoácidos: Efecto de la mezcla monofásica				
Aminoácido	Conversión en la sal de N-acil aminoácido, %			
	ME:AA 1:1 molar	Glicinato de Na al 30 % molar incluido	ME:AA 1,5:1 molar	AA:ME 1,5:1 molar
valina	50*	95	-	85
histidina	47*	-	80	-
prolina	39*	80	-	90
serina	87	-	-	-
glutamina	48*	90	75	-
ácido aspártico	21*	-	-	94
lisina	45*	86	-	-
alanina	67	-	-	-
sarcosina	22*	96	90	-

ME = Steposol® C-42 (producto de Stepan). AA = sal de aminoácido
* los reactivos forman una mezcla bifásica (ejemplos comparativos)

Los Ejemplos anteriores tienen por objeto ser solamente ilustraciones. Las siguientes reivindicaciones definen la invención.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso que comprende hacer reaccionar un éster de alquilo graso con una sal de aminoácido en presencia de al menos el 10 % molar, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso, de un catalizador de alcóxido a una presión de al menos 135,5 kPa (5 psig) para producir una composición que comprende una sal de N-acil aminoácido.
- 10 2. El proceso de la reivindicación 1 en el que el catalizador comprende un alcóxido C₁-C₄, preferentemente metóxido de sodio/metanol.
3. El proceso de la reivindicación 1 en el que el catalizador se usa en una cantidad dentro del intervalo del 12 al 50 % molar.
- 15 4. El proceso de la reivindicación 1 en el que la reacción se realiza a una presión en el intervalo de 135,5 kPa a 445,7 kPa (5 psig a 50 psig).
5. El proceso de la reivindicación 1 en el que el éster de alquilo graso es un éster de metilo C₆-C₂₂.
- 20 6. El proceso de la reivindicación 1 en el que la sal de aminoácido es una sal de metal alcalino de un aminoácido seleccionado entre el grupo que consiste en glicina, alanina, glutamina, ácido glutámico y ácido aspártico, preferentemente una sal de metal alcalino de glicina.
- 25 7. El proceso de la reivindicación 1 en el que la reacción se realiza en presencia de un poliol seleccionado entre el grupo que consiste en glicerina y propilenglicol.
- 30 8. El proceso de la reivindicación 1 en el que la reacción se realiza a una temperatura dentro del intervalo de 65 °C a 200 °C.
9. El proceso de la reivindicación 1 en el que la reacción se realiza en presencia del 1 al 200 % en peso, preferentemente del 40 al 80 % en peso, basándose en la cantidad de éster de alquilo graso, de un disolvente de alcohol añadido.
- 35 10. El proceso de la reivindicación 1 en el que la conversión de la sal de aminoácido en la sal de N-acil aminoácido es de al menos el 85 % molar.
- 40 11. El proceso de la reivindicación 1 en el que la sal de N-acil aminoácido se aísla de materiales de partida sin reaccionar en la composición de sal de N-acil aminoácido mediante la formación de una suspensión de la composición en un alcohol C₁-C₄, preferentemente metanol, la recuperación de la sal de N-acil aminoácido de la suspensión y el secado de la sal de N-acil aminoácido, en el que la filtración se usa preferentemente para recuperar la sal de N-acil aminoácido y se reutilizan materiales de partida sin reaccionar recuperados del filtrado resultante para hacer sal de N-acil aminoácido adicional.
- 45 12. El proceso de la reivindicación 1 en el que la sal de aminoácido es una mezcla que comprende una sal de glicinato y una sal de aminoácido no de glicinato, en el que la mezcla de sal comprende al menos el 20 % molar, preferentemente al menos el 30 % molar, de la sal de glicinato.
- 50 13. El proceso de la reivindicación 1 en el que se usa al menos un exceso del 30 % molar del éster de alquilo graso basándose en las cantidades combinadas de éster de alquilo graso y sal de aminoácido.
14. El proceso de la reivindicación 1 en el que se usa al menos un exceso del 30 % molar de la sal de aminoácido basándose en las cantidades combinadas de éster de alquilo graso y sal de aminoácido.
- 55 15. El proceso de la reivindicación 1, en el que el éster de alquilo graso es un éster de metilo C₆-C₂₂, la sal de aminoácido es una sal de glicinato, la presión está dentro del intervalo de 135,5 kPa a 307,8 kPa (5 psig a 30 psig) a una temperatura dentro del intervalo de 65 °C a 100 °C para producir una composición de sal de N-acil glicinato, en el que la composición de sal de N-acil glicinato tiene preferentemente un color APHA inferior a 20 y comprende el 5 % molar o menos de jabón de ácido graso y el 1 % molar o menos de subproductos diacilados.