

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 714 568**

51 Int. Cl.:

C07C 67/03 (2006.01)

C07C 69/67 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.02.2015 PCT/US2015/017127**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.08.2015 WO15127372**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.02.2015 E 15713820 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.02.2019 EP 3110788**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de ésteres de ácidos 2-acetoxialcanoicos utilizando un éster de ácido α -hidroxialcanoico y un éster acetato como sustancias de partida**

30 Prioridad:

24.02.2014 US 201461943989 P

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

29.05.2019

73 Titular/es:

**NATUREWORKS LLC (100.0%)
15305 Minnetonka Blvd
Minnetonka, MN 55345, US**

72 Inventor/es:

**KULSHRESTHA, AMAN;
SCHROEDER, JOSEPH DAVID y
BRAY, STEVEN SCOTT**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 714 568 T3

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

DESCRIPCIÓN

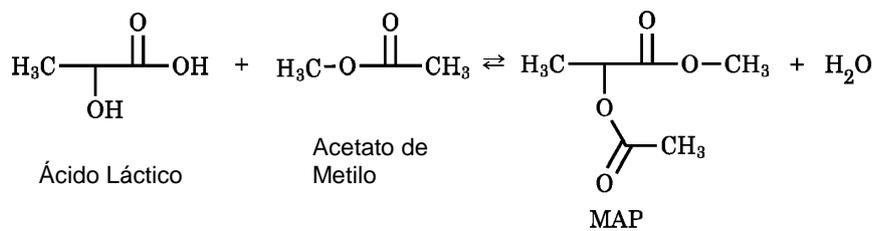
Procedimiento para la preparación de ésteres de ácidos 2-acetoxialcanoicos utilizando un éster de ácido α -hidroxialcanoico y un éster acetato como sustancias de partida

Esta invención se refiere a un método para preparar ésteres de ácidos 2-acetoxialcanoicos.

El 2-acetoxipropionato de metilo (MAP) es un intermedio químico de cierto interés debido a que puede pirolizarse para formar acrilato de metilo y ácido acético. El acrilato de metilo es útil como monómero que puede polimerizarse para formar poli(metilacrilato), y se puede convertir fácilmente en ácido acrílico u otros ésteres acrilato. Por lo tanto, una ruta sintética económica para la preparación de MAP tendría un gran valor.

El MAP se puede producir en una o más etapas partiendo de ácido láctico. Por lo tanto, el ácido acrílico y los ésteres de acrilato se pueden producir utilizando ácido láctico como sustancia de partida. El ácido láctico se fabrica en grandes volúmenes a través de procedimientos de fermentación y, por lo tanto, es económico y ampliamente disponible. El ácido acrílico y sus ésteres podrían producirse de forma bastante económica si existiera un procedimiento eficaz para convertir el ácido láctico en MAP. Sin embargo, las rutas sintéticas conocidas de ácido láctico a MAP se han visto afectadas por bajas conversiones y la producción de grandes cantidades de subproductos no deseados.

Algunas de las rutas sintéticas conocidas comienzan con el propio ácido láctico. Por ejemplo, se sabe que el ácido láctico reacciona con acetato de metilo para formar MAP, de acuerdo con la siguiente reacción:



La química real es mucho más complicada que esto por varias razones. Esta es una reacción de equilibrio, que es reversible y conduce a una mezcla de productos complicada. Los diversos productos y productos intermedios se interesterifican para formar especies no deseadas como el lactato de metilo y el ácido 2-acetoxipropiónico. Puesto que el ácido láctico contiene un grupo carboxilo y un grupo hidroxilo, éste puede reaccionar consigo mismo para formar dímeros y oligómeros que contienen grupos éster. El producto obtenido a partir de esta reacción, por lo tanto, es una mezcla compleja de sustancias. Las conversiones a MAP son decepcionantemente bajas. Por ejemplo, Rehberg et al., en *Industrial and Engineering Chemistry* vol. 36, pág. 469-472 (1944) ("Rehberg 1944"), describen conversiones a MAP de menos de 30%.

Además, siempre hay agua presente en el procedimiento anterior, debido a que se produce agua en la reacción. Casi siempre se lleva más agua al procedimiento con el ácido láctico, que es difícil de producir en forma anhidra. El agua hidroliza los diversos compuestos éster (incluido el producto) de vuelta a las sustancias de partida u otros ácidos tales como el ácido acético. Estos ácidos también son corrosivos para muchos metales, por lo que el recipiente de reacción y el equipo asociado deben estar fabricados de aleaciones especiales. Además, el agua forma un azeótropo con lactato de metilo, que es una impureza que se forma en grandes cantidades en esta reacción. Es difícil y costoso separar el lactato de metilo del agua para recuperar y reciclar los valores de ácido láctico.

La eliminación del agua del ácido láctico conlleva otros problemas, incluida la oligomerización del ácido láctico. Por esta razón, los jarabes de ácido láctico concentrado disponibles comercialmente contienen grandes cantidades de oligómeros. Por ejemplo, en un jarabe de ácido láctico típico al 85% disponible comercialmente, 20% o más del ácido láctico se encuentra en forma de dímeros u oligómeros superiores. La presencia de estos oligómeros superiores en jarabes de ácido láctico concentrado también conduce a la disminución de rendimientos y a subproductos no deseados.

Filachione et al., en *Industrial and Engineering Chemistry* vol. 36 pág. 472-475 (1944) describen un procedimiento alternativo en el que el ácido láctico se hace reaccionar con ácido acético para formar ácido 2-acetoxipropiónico, que a continuación se convierte en MAP por reacción con acetato de metilo o metanol. En la primera etapa, los rendimientos de ácido 2-acetoxipropiónico son, en el mejor de los casos, de 78%. Las conversiones en la segunda etapa son muy bajas. Como resultado, los rendimientos generales para MAP son incluso más bajos que los descritos por Rehberg 1944 (véase Filachione *et al.* página 475).

Otros procedimientos comienzan con un éster de ácido láctico. Los alquilésteres del ácido láctico reaccionan con anhídrido acético, ceteno o cloruro de acetilo para formar el correspondiente éster de ácido 2-acetoxipropiónico. Véase, p. ej., Rehberg 1944 (citado anteriormente) y Rehberg et al., JACS vol. 67, pág. 56-56 (1945). Estos procedimientos proporcionan rendimientos algo mejores, pero requieren reactivos costosos y especiales que pueden ser difíciles de regenerar y reciclar. La Patentes de Estados Unidos Núm. 6.992.209 describe un procedimiento en el que se hace reaccionar lactato de metilo con ácido acético para formar MAP. En este procedimiento, el MAP reacciona con ácido acético para formar ácido 2-acetoxipropiónico. Debido a esto, el procedimiento forma MAP y ácido 2-acetoxipropiónico en cantidades aproximadamente iguales, junto con acetato de metilo, por lo que es un procedimiento de bajo rendimiento.

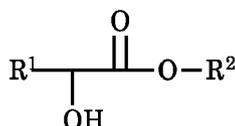
Existe la necesidad en la técnica de proporcionar una ruta económica para MAP y otros ésteres de ácido 2-acetoxipropiónico.

Esta invención es un procedimiento para fabricar un éster de ácido 2-acetoxialcanoico. El procedimiento comprende calentar, en un recipiente de reacción, una mezcla de un éster de un ácido α -hidroxialcanoico y al menos un mol de un éster acetato por mol del éster de ácido α -hidroxialcanoico a una temperatura de al menos 150°C bajo temperatura superatmosférica. Presión en presencia de un catalizador de transesterificación para convertir al menos una porción del éster del ácido α -hidroxialcanoico y del éster acetato en un éster del ácido 2-acetoxialcanoico y al menos un alcohol o compuesto fenólico, en donde el contenido de agua en el recipiente de reacción durante la reacción se mantiene por debajo del 0,15% en peso.

Este procedimiento difiere de los métodos de la técnica anterior en parte en que tanto el sustancia de partida láctico como el sustancia de partida de acetato se proporcionan en forma de ésteres.

Este procedimiento produce sorprendentemente ésteres de ácido 2-acetoxialcanoico con altos rendimientos a partir de estas sustancias de partida económicas. Debido a que las sustancias de partida (aparte de los catalizadores, que se utilizan en pequeñas cantidades) no son ácidos y se pueden proporcionar en forma sustancialmente anhidra, y se forman pocas especies ácidas durante la reacción, hay poca corrosión de los recipientes de reacción metálicos. El principal subproducto de la reacción es un alcohol o compuesto fenólico, que se recupera fácilmente y se recicla (si se desea) para formar más sustancias de partida.

El éster de ácido α -hidroxialcanoico es un éster correspondiente al producto de reacción de ácido α -hidroxialcanoico y un alcohol o compuesto fenólico (aunque se puede preparar mediante diversos métodos, el método de preparación no es importante para esta invención). El éster del ácido α -hidroxialcanoico está representado por la estructura:

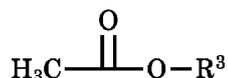


en donde R^1 es hidrógeno o alquilo (incluyendo lineal, ramificado y cicloalquilo) y R^2 es alquilo (incluyendo lineal, ramificado y cicloalquilo) o arilo.

R^1 es en algunas realizaciones un grupo alquilo. Preferiblemente contiene hasta seis átomos de carbono. R^1 puede ser metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec-butilo, t-butilo y similares. R^1 es preferiblemente metilo, en cuyo caso el éster es un éster lactato. Cuando R^1 es distinto de hidrógeno, el átomo de carbono alfa al carbono carbonílico será quiral. Es útil el enantiómero R o S, o una mezcla de los mismos.

R^2 es preferiblemente un grupo alquilo que contiene hasta seis átomos de carbono, o fenilo. Cuando es alquilo, R^2 puede ser metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec-butilo, t-butilo, ciclohexilo y similares. R^2 es preferiblemente metilo, n-butilo o fenilo.

El éster acetato corresponde a un éster de ácido acético con un alcohol o un compuesto fenólico (aunque se puede preparar utilizando diversos métodos). El acetato de alquilo corresponde a la estructura:

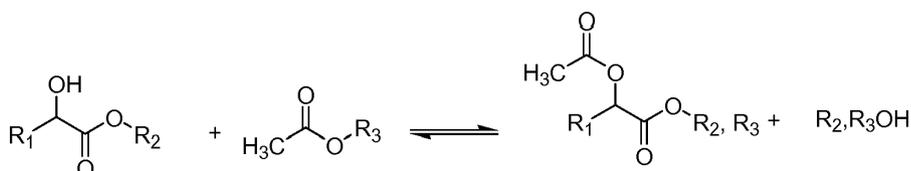


en donde R^3 se define de la misma manera que R^2 anteriormente. R^3 es preferiblemente un grupo alquilo que contiene hasta seis átomos de carbono, o fenilo. Si es alquilo, R^3 puede ser metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec-butilo, t-butilo, ciclohexilo, arilo y similares. R^3 es preferiblemente metilo, n-butilo o fenilo. Es especialmente preferido metilo, especialmente cuando se produce MAP, debido a que el subproducto alcohólico resultante (metanol) es volátil y se elimina fácilmente del producto, y, cuando el MAP se utiliza con posterioridad como materia

prima para la fabricación de acrilato de metilo, la carencia de hidrógenos β limita las reacciones secundarias no deseadas durante la reacción de pirólisis.

El grupo alquilo o arilo del éster acetato y el grupo alquilo o arilo del éster del ácido α -hidroxialcanoico son preferiblemente los mismos, es decir, para cualquier reacción, R^2 preferiblemente es lo mismo que R^3 . El éster acetato es lo más preferiblemente acetato de metilo y el éster de ácido α -hidroxialcanoico es lo más preferiblemente el éster de metilo. El éster de ácido α -hidroxialcanoico es más preferiblemente lactato de metilo.

La reacción idealizada del éster acetato y el éster del ácido α -hidroxialcanoico es la siguiente:



donde R^1 , R^2 y R^3 son como antes. La notación " R^2 , R^3 " denota que la molécula indicada será una mezcla de especies con un grupo R^2 y especies que tienen un grupo R^3 (en los casos en que R^2 y R^3 son diferentes). Así, por ejemplo, el subproducto R^2 , $R^3\text{OH}$ será una mezcla de alcoholes y/o compuestos fenólicos cuando R^2 y R^3 son diferentes, y serán un solo alcohol o compuesto fenólico cuando R^2 y R^3 son lo mismo (como se prefiera). De manera similar, el éster 2-acetoxialcanoato producto será una mezcla de ésteres si R^2 y R^3 son diferentes, y serán un solo éster cuando R^2 y R^3 son lo mismo. Más preferiblemente, R^2 y R^3 son metilo, el alcohol subproducto es metanol y el éster 2-acetoxialcanoato producto es el éster metílico.

Para llevar a cabo la reacción, el éster acetato se combina con el éster de ácido α -hidroxialcanoico a una razón molar de al menos 1:1. Se prefiere combinar el éster del ácido α -hidroxialcanoico con un exceso del éster acetato, ya que esto ayuda a impulsar el equilibrio hacia el producto deseado. Una razón molar preferida de éster acetato a éster de ácido α -hidroxialcanoico es al menos 2:1, al menos 5:1, al menos 10:1 o al menos 20:1, y la relación molar puede ser 100:1 o incluso mayor.

El catalizador de transesterificación es una sustancia que cataliza las reacciones de intercambio de éster. Los catalizadores de transesterificación adecuados son bien conocidos en la técnica. Entre estos se encuentran los ácidos de Bronsted fuertes, tales como los compuestos de ácido alquil- o arilsulfónico, como el ácido para-toluensulfónico, el ácido clorhídrico, el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico u oligómeros de ácido fosfórico. Los ácidos de Lewis fuertes también son adecuados. Éstos incluyen, por ejemplo, cloruro de estaño, óxido de estaño, óxidos de dialquil estaño, alquil-alquenóxicos, carboxilatos de alquilestaño, diversos compuestos de titanio o aluminio, trifluoruro de boro y similares.

El catalizador se usa en cantidades catalíticas, que suelen ser de 0,001 a 0,25 moles del catalizador por mol del éster del ácido α -hidroxialcanoico.

No es necesario realizar la reacción en un disolvente o diluyente, aunque se puede proporcionar uno si se desea. El solvente o diluyente no debe reaccionar bajo las condiciones del procedimiento. Los ejemplos de disolventes o diluyentes adecuados incluyen hidrocarburos, cetonas, hidrocarburos clorados, éteres, poliéteres y similares.

El agua debe estar presente a lo sumo en cantidades muy pequeñas, ya que el agua puede participar en diversas reacciones con las sustancias de partida y los productos de reacción para formar ácidos y otras especies no deseadas. Se prefiere proporcionar el éster acetato y el éster del ácido α -hidroxialcanoico en forma sustancialmente anhidra, es decir, cada uno contiene menos de 1% en peso de agua y cada uno preferiblemente contiene menos de 0,8% o menos de 0,5% en peso de agua. Se excluyen preferiblemente otras fuentes de agua. Cualquier atmósfera bajo la cual se lleve a cabo la reacción es preferiblemente anhidra. En general, el contenido de agua en el recipiente de reacción durante la reacción se mantiene por debajo de 0,15% en peso.

La reacción se realiza a una temperatura de al menos 150°C bajo presión superatmosférica. Una temperatura preferida es al menos 175°C, y una temperatura aún más preferida es al menos 190°C. Una temperatura máxima adecuada es de 230°C, ya que las temperaturas más altas son desventajosas puesto que el ácido láctico comienza a descomponerse a esas temperaturas más altas.

Las temperaturas mencionadas anteriormente son mayores que los puntos de ebullición de las sustancias de partida. Por lo tanto, la reacción se realiza a una presión superatmosférica suficiente para mantener las sustancias de partida en forma de líquidos durante la reacción. Una presión de 10 a 60 atmósferas (1010 a 6060 kPa) es generalmente adecuada, y una presión preferida es de 20 a 50 atmósferas (2020 a 5050 kPa).

La reacción se puede realizar de forma continua, semicontinua o por lote alimentado en equipos capaces de soportar la temperatura y la presión de funcionamiento. El equipo que entra en contacto con la mezcla de reacción caliente y/o la mezcla de producto caliente es preferiblemente resistente a los ácidos. Los reactores de tipo lote alimentado incluyen reactores Parr y otros recipientes presurizados. Los reactores continuos y semicontinuos incluyen reactores de tubo o conducto, reactores de tipo bucle, reactores de tanque de agitación continua y similares.

La reacción continúa hasta que al menos una porción de las sustancias de partida se convierte en el éster de ácido 2-acetoxipropiónico deseado. La reacción es una reacción de equilibrio. Por lo tanto, a menos que uno o más de los productos se eliminen a medida que avanza la reacción, la mezcla de reacción alcanzará un equilibrio antes de la conversión completa de la sustancia de partida limitante (típicamente, el éster del ácido α -hidroxialcanoico) en un producto. Sin la eliminación de los productos de reacción, la conversión de la sustancia de partida limitante típicamente alcanzará de 50 al 80% si las condiciones de reacción se mantienen durante el tiempo suficiente. Se pueden obtener conversiones más altas si se eliminan uno o más productos de reacción (tales como el alcohol o el compuesto fenólico) o cuando se utiliza el éster de acetato en un mayor exceso.

En un procedimiento por lotes, un tiempo de reacción típico es de 15 minutos a 10 horas. Es preferible minimizar los tiempos de reacción para reducir la formación de subproductos no deseados; en un procedimiento preferido, la reacción se interrumpe cuando la conversión de la sustancia de partida limitante alcanza de 40 a 90%, especialmente de 40 a 80%, o cuando la mezcla de reacción alcanza el equilibrio.

Un beneficio del procedimiento de la invención es que es altamente selectivo para el éster de ácido 2-acetoxialcanoico deseado. Con esta invención se pueden obtener fácilmente selectividades de al menos 80% o incluso 90% o más para el producto deseado. La selectividad se calcula (a) determinando la cantidad de éster de ácido α -hidroxialcanoico de partida consumida, (b) calculando la cantidad (B) de éster de ácido 2-acetoxialcanoico que se habría producido si todo el éster de ácido α -hidroxialcanoico consumido se hubiera convertido en éster de ácido 2-acetoxialcanoico, (c) determinar la cantidad (C) del éster de ácido 2-acetoxialcanoico producido, y (d) dividir C por B y multiplicarlo por 100%. Los principales subproductos de la reacción son un alcohol o compuesto fenólico y una pequeña cantidad de oligómeros del ácido α -hidroxialcanoico, que pueden estar en forma de ésteres.

Los rendimientos de éster de ácido 2-acetoxialcanoico deseado son a menudo al menos de 40%, basándose en el éster de ácido α -hidroxialcanoico de partida, y con frecuencia son de 50 a 75% o más. Los rendimientos se calculan como la cantidad de éster de ácido 2-acetoxialcanoico producido dividida por la cantidad que se produciría si todo el éster de ácido α -hidroxialcanoico de partida se convirtiera en éster de ácido 2-acetoxialcanoico.

El éster de ácido 2-acetoxialcanoico deseado se separa fácilmente de los componentes restantes de la mezcla de producto en bruto utilizando destilación, cristalización, extracción con solventes u otros métodos. Los componentes volátiles de la mezcla de reacción, tales como el alcohol o el compuesto fenólico, se evaporan o destilan fácilmente. El éster del ácido 2-acetoxialcanoico en la mayoría de los casos tiene una temperatura de ebullición más alta y una temperatura de fusión más alta que las sustancias de partida. Estas diferencias en las temperaturas de ebullición y fusión pueden aprovecharse como base para los procedimientos de recuperación de destilación y/o cristalización.

Las sustancias de partida que no han reaccionado se pueden recuperar, purificar si es necesario y reciclar en el procedimiento. El alcohol o el compuesto fenólico formado en el procedimiento se pueden recuperar, purificar si fuera necesario, y a continuación hacer reaccionar con un ácido α -hidroxialcanoico y/o ácido acético para regenerar uno o ambos reactivos de partida. Los oligómeros del ácido α -hidroxialcanoico (o los ésteres de dichos oligómeros) se pueden hidrolizar de nuevo al correspondiente ácido α -hidroxialcanoico (o éster del mismo), y se pueden reciclar al procedimiento.

El procedimiento de la invención es particularmente útil para formar ésteres de ácido 2-acetoxipropiónico por reacción de un éster lactato (preferiblemente lactato de metilo) con un éster acetato (preferiblemente acetato de metilo). El producto de éster de ácido 2-acetoxipropiónico se puede pirolizar para formar ácido acético y un éster acrilato en el que el grupo éster corresponde al grupo R^2 y/o R^3 en las sustancias de partida. La pirólisis se puede realizar calentando el éster del ácido 2-acetoxipropiónico a una temperatura de 400 a 600°C en una atmósfera no oxidante. El éster acrilato es un monómero útil que puede polimerizarse o copolimerizarse para formar polímeros y copolímeros de acrilato. El éster acrilato se puede hidrolizar para formar ácido acrílico, que es en sí mismo un monómero útil, o se puede convertir en otros monómeros de acrilato. El ácido acético puede reaccionar con un alcohol o compuesto fenólico para regenerar el éster acético de partida, que se puede reciclar nuevamente al procedimiento de esta invención.

El procedimiento de la invención también es útil para producir ácido butilacetoxipropiónico. El ácido butilacetoxipropiónico es una sustancia de partida útil para un procedimiento de desacilación estereoselectiva catalizada por enzimas como se describe, por ejemplo, en el documento WO 2014/045036.

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar la invención, y no se pretende que limiten su alcance. Todas las partes y porcentajes son en peso, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplos 1-2

5 Ejemplo 1: Se cargan en un reactor Parr 1 mol de lactato de metilo (contenido de agua de aproximadamente 0,04 por ciento en peso), 25 moles de acetato de metilo (contenido de agua de aproximadamente 0,5 por ciento en peso) y 0,05 moles de ácido p-toluensulfónico. El reactor se presuriza a aproximadamente 620 kPa (90 libras/pulgada cuadrada) con nitrógeno para detectar fugas y a continuación se purga nuevamente a la presión atmosférica. El reactor y su contenido se calientan a 200°C durante 3 horas, tiempo durante el cual se desarrolla una presión de aproximadamente 2750 kPa (400 libras/pulgada cuadrada) en el reactor. La mezcla de reacción se enfría a continuación a temperatura ambiente en el reactor cerrado. El contenido del reactor se retira y se analiza para determinar el lactato de metilo residual, el producto deseado (ácido metil 2-acetoxipropiónico (MAP)) y los oligómeros de ácido láctico (incluidos los ésteres alquílicos de los mismos) mediante cromatografía de gases con un detector de ionización de llama utilizando patrones disponibles comercialmente. La conversión del lactato de metilo se calcula a partir de la cantidad de lactato de metilo que queda en la mezcla de reacción. La selectividad para MAP se calcula a partir de las cantidades medidas de MAP y oligómeros. El rendimiento para MAP se calcula como la conversión multiplicada por la selectividad. Los resultados son los indicados en la Tabla 1.

20 El ejemplo 2 se realiza de la misma manera, excepto que el ácido p-toluensulfónico se reemplaza por una cantidad equivalente de cloruro de estaño dihidratado. Los resultados se indican en la Tabla 1.

Tabla 1

Denominación	Catalizador	Conversión de Lactato de Metilo	Selectividad para MAP	Rendimiento global para MAP (basado en lactato de metilo)
Ej. 1	p-TSA ¹	60%	89%	53,4%
Ej. 2	SnCl ₂ ¹	74%	93%	68,8%

¹p-TSA es ácido para-toluensulfónico. SnCl₂ es cloruro de estaño dihidratado.

25 La conversión, la selectividad y el rendimiento general a MAP son extremadamente altos con respecto a los procedimientos de la técnica anterior. En estos experimentos, el catalizador de estaño promueve una velocidad de reacción más rápida como lo indica la mayor conversión de lactato de metilo. Se logra una mayor conversión para el Ejemplo 1 cuando la reacción continúa durante un tiempo más largo.

Ejemplo 3:

30 Se cargan en un reactor Parr 1 mol de lactato de n-butilo (contenido de agua inferior a 0,1% en peso), 25 moles de acetato de n-butilo (contenido de agua de aproximadamente 0,5% en peso o menos) y 0,05 moles de cloruro de estaño dihidratado. El reactor se presuriza a aproximadamente 620 kPa (90 libras/pulgada cuadrada) con nitrógeno para detectar fugas y a continuación se purga nuevamente a la presión atmosférica. El reactor y su contenido se calientan a 200°C durante 3 horas, tiempo durante el cual se desarrolla una presión de aproximadamente 690 kPa (100 libras/pulgada cuadrada) en el reactor. La mezcla de reacción se enfría a continuación a temperatura ambiente en el reactor cerrado. El contenido del reactor se elimina y se analiza para determinar el lactato de butilo residual, el producto deseado (ácido butil-2-acetoxipropiónico (BAP)) y los oligómeros de ácido láctico (incluidos los ésteres alquílicos de los mismos) mediante cromatografía de gases con un detector de ionización de llama utilizando patrones disponibles comercialmente. La conversión de lactato de butilo se calcula a partir de la cantidad de lactato de butilo que queda en la mezcla de reacción. La selectividad para BAP se calcula a partir de las cantidades medidas de BAP y oligómeros. El rendimiento para BAP se calcula como la conversión multiplicada por la selectividad. Los resultados son los indicados en la Tabla 2.

Tabla 2

Denominación	Catalizador	Conversión de lactato de butilo	Selectividad para BAP	Rendimiento general para BAP (basado en lactato de butilo)
Ej. 3	SnCl ₂ ¹	64%	93%	60%

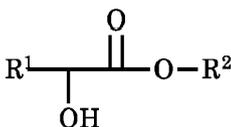
¹SnCl₂ es cloruro de estaño dihidratado.

Este experimento demuestra que se obtienen conversiones, selectividades y rendimientos generales similares a los del producto deseado cuando se produce BAP en lugar de MAP.

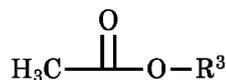
50

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de un éster de ácido 2-acetoxialcanoico que comprende calentar una mezcla de un éster de ácido α -hidroxialcanoico y al menos un mol de un éster acetato por mol de éster del ácido α -hidroxialcanoico en un recipiente de reacción a una temperatura de al menos 150°C a presión superatmosférica en presencia de un catalizador de transesterificación para convertir al menos una porción del éster de ácido α -hidroxialcanoico y el éster acetato en un éster de ácido 2-acetoxialcanoico y al menos un alcohol o compuesto fenólico, en donde el contenido de agua en el recipiente de reacción durante la reacción se mantiene por debajo de 0,15% en peso, en donde el éster de ácido α -hidroxialcanoico está representado por la estructura:



en donde R^1 es hidrógeno, alquilo lineal, alquilo ramificado o cicloalquilo y R^2 es alquilo lineal, alquilo ramificado, cicloalquilo o arilo, y en donde el éster acetato está representado por la estructura:



en donde R^3 es alquilo lineal, alquilo ramificado, cicloalquilo o arilo.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde cada uno de R^2 y R^3 es independientemente metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec-butilo, t-butilo, ciclohexilo o fenilo y R^1 es metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec-butilo, t-butilo o ciclohexilo.
3. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en donde R^2 y R^3 son lo mismo.
4. El procedimiento de la reivindicación 3, en donde cada uno de R^2 y R^3 es metilo.
5. El procedimiento de la reivindicación 3, en donde cada uno de R^2 y R^3 es n-butilo.
6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde R^1 es metilo.
7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-6, que comprende adicionalmente recuperar el éster de ácido 2-acetoxialcanoico.
8. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde el éster del ácido 2-acetoxialcanoico se recupera por cristalización o destilación.
9. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en donde la conversión del éster de ácido α -hidroxialcanoico es de 50 al 80%.
10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en donde la selectividad para el éster de ácido 2-acetoxialcanoico es de al menos 80%.
11. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en donde la selectividad para el éster del ácido 2-acetoxialcanoico es de al menos el 90%.
12. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en donde el rendimiento para el éster del ácido 2-acetoxialcanoico es de 50 al 75%, basado en la cantidad de partida del éster del ácido α -hidroxialcanoico.