

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 802 986**

51 Int. Cl.:

**C07D 317/36** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.08.2015 PCT/EP2015/068361**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.04.2016 WO16062424**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.08.2015 E 15750693 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.04.2020 EP 3209650**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de carbonato de ácido glicérico**

30 Prioridad:

**23.10.2014 DE 102014221523**

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

**22.01.2021**

73 Titular/es:

**CONSTRUCTION RESEARCH & TECHNOLOGY  
GMBH (100.0%)**

**Dr.-Albert-Frank-Str. 32  
83308 Trostberg, DE**

72 Inventor/es:

**VAUTRAVERS, NICOLAS;  
TELES, JOAQUIM HENRIQUE;  
WÖLFLE, HEIMO;  
DIERKER, MARKUS y  
OHLMANN, DOMINIK**

74 Agente/Representante:

**GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo**

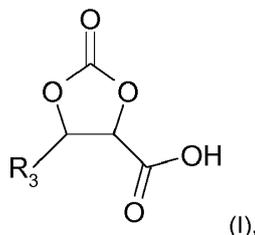
**ES 2 802 986 T3**

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).

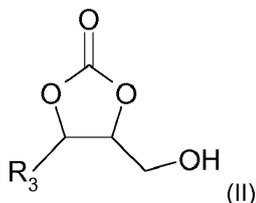
## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de carbonato de ácido glicérico

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un compuesto de fórmula (I) con significado específico del sustituto  $R_3$



- 10 una mezcla y una aplicación/uso correspondiente. El documento WO 2013/092011 A1, titulado "2-OXO-1,3-DIOXOLANO-4-CARBOXAMIDAS, SU PREPARACIÓN Y USO", revela un procedimiento para la preparación de un compuesto de fórmula (I) en el que  $R_3$  significa H. En el documento WO 2013/092011 A1, página 10, líneas 6 a 11, se revela que la oxidación del carbonato de glicerol (compuesto de la fórmula (II) donde  $R_3$  significa H)

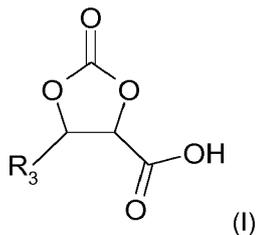


- 15 por (i) "oxidación mediada por N-óxido" o ii) "oxidación aeróbica". Dice inmediatamente a continuación: "La oxidación mediada por el N-óxido puede llevarse a cabo con el ácido 1,3,5-tricloroisocianúrico y el 2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxilo (TEMPO). También puede llevarse a cabo con peróxido de hidrógeno como oxidante, por ejemplo, en presencia de una sal de manganeso. La oxidación aeróbica usa el oxígeno del aire o el oxígeno en forma pura como oxidante. Se lleva a cabo adecuadamente en presencia de al menos una sal metálica de transición seleccionada de Co, Mn, Cu, Fe, y sus mezclas, preferentemente Mn. Se realiza preferentemente en un disolvente adecuado o en ácido acético (por ejemplo, acuoso)" (véase la página 10, líneas 13 a 20 en el documento WO 2013/092011 A1).

El objetivo de la presente invención fue proporcionar un procedimiento que tiene una, preferentemente varias, o particularmente preferentemente todas las ventajas siguientes

- 25 - bajo esfuerzo operacional y técnico,  
 - alto grado de conversión de los compuestos eductos (por ejemplo, reacción de un compuesto de fórmula (II)),  
 - alto rendimiento del producto (compuesto de la fórmula (I)),  
 30 - separación operativa sencilla del producto del medio de reacción.

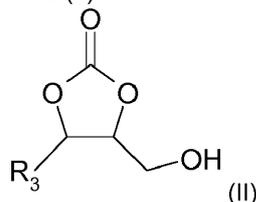
Este objetivo se consigue mediante un procedimiento según la invención para la preparación de un compuesto de la fórmula (I)



- 35 en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo lineales, ramificados o cíclicos de  $C_{1-12}$ ,

(a) con los siguientes pasos:

- Suministro o preparación de un compuesto de la fórmula (II)



en donde R<sub>3</sub> tiene el significado elegido para la fórmula (I)

- 5 - una oxidación catalizada por platino del compuesto de la fórmula (II) con oxígeno gaseoso para dar el compuesto de la fórmula (I).

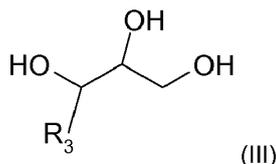
El compuesto de la fórmula (I) es un ácido orgánico cuyo grupo carboxilo se disocia en una solución acuosa y da lugar a un valor de pH ácido.

- 10 El radical R<sub>3</sub> se selecciona de entre H y los grupos alquilo de cadena lineal, ramificada o cíclica C<sub>1-12</sub>. Preferentemente es un procedimiento según la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), en donde R<sub>3</sub> está seleccionado del grupo que consiste en H, grupos alquilo C<sub>1-12</sub> de cadena recta, grupos alquilo C<sub>1-12</sub> ramificados y grupos alquilo C<sub>1-12</sub> cíclicos, en donde los grupos alquilo C<sub>1-12</sub> cíclicos contienen uno o más sustituyentes alquilo en la estructura de anillo (es decir, la estructura de anillo contiene una o más ramas)
- 15 o los grupos de alquilo C<sub>1-12</sub> cíclicos no contienen sustituyentes de alquilo en la estructura de anillo (es decir, la estructura de anillo no contiene ramas). De manera particularmente preferente, el R<sub>3</sub> se selecciona de H y de grupos alquilo C<sub>1-12</sub> lineales o ramificados (es decir, no cíclicos). Preferentemente, los grupos alquilo de cadena recta, ramificada o cíclica son grupos alquilo C<sub>1-10</sub>, preferentemente C<sub>1-8</sub>, de manera especialmente preferente.

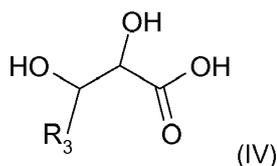
- 20 Dependiendo del producto deseado, el R<sub>3</sub> se selecciona preferentemente del grupo que consiste en H, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, n-pentilo, 2-pentilo, 3-pentilo, 2-metilbutilo, 3-metilbutilo, 3-metilbut-2-ilo, 2-metilbut-2-ilo, 2,2-dimetilpropilo, n-hexilo, 2-hexilo, 3-hexilo, 2-metilpentil, 3-metilpentil, 3-metilpentil, 4-metilpentil, 2,2-dimetilbutilo, 3,3-dimetilbutilo, 2-metil-3,3-dimetilpropilo, n-heptilo, n-octilo, n-nonilo, n-decilo, n-undecilo, n-dodecilo, ciclopentil, ciclohexilo y cicloheptílico, en particular preferentemente seleccionados del grupo formado por H, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, n-pentilo, 2-pentil, 3-pentil, 2-metilbutilo, 3-metilbutilo, 3-metilbutil-2-ilo, 2-metilbutil-2-ilo, 2,2-dimetilpropilo y n-hexilo, especialmente seleccionados del grupo formado por H, metilo, etilo, propilo e isopropilo.

- 30 El oxígeno gaseoso a usar es preferentemente el oxígeno gaseoso contenido en el aire o el oxígeno técnico (puro) o el oxígeno atómico o molecular, que inicialmente todavía está ligado química o físicamente y debe ser convertido primero en oxígeno gaseoso libre (precursores del oxígeno gaseoso libre). El oxígeno químicamente ligado es, por ejemplo, el oxígeno ligado en los peróxidos, que se libera preferentemente mediante reacciones químicas para que esté disponible como oxígeno gaseoso. El oxígeno físicamente ligado es, por ejemplo, oxígeno gaseoso adsorbido u oxígeno disuelto en líquidos (por ejemplo, en el agua) que puede ser expulsado del líquido, por ejemplo, aumentando la temperatura, de modo que esté disponible como oxígeno gaseoso. El oxígeno químicamente ligado o físicamente
- 35 ligado representa así una etapa preliminar del oxígeno gaseoso que se usará en el procedimiento según la invención. Se prefiere especialmente el oxígeno gaseoso contenido en el aire o el oxígeno puro gaseoso (es decir, el oxígeno técnico gaseoso con un contenido de oxígeno de >99 %).

- 40 En un procedimiento según la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente) pueden producirse reacciones secundarias además del diseño del procedimiento marcado como a). Cuando se lleva a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), por ejemplo, un compuesto de la fórmula (II) puede ser convertido en una reacción secundaria a un compuesto de la fórmula (III)
- 45

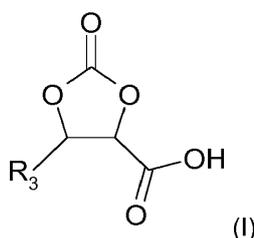


- 50 Cuando se lleva a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), también es posible, alternativa o adicionalmente a la reacción secundaria anterior, convertir, por ejemplo, un compuesto de fórmula (I) (el producto deseado) o de fórmula (III), en una reacción secundaria en un compuesto de fórmula (IV)



No se excluye que una oxidación catalizada por platino del compuesto de la fórmula (III), formado en la reacción secundaria antes mencionada con el oxígeno gaseoso, dé lugar a un compuesto de la fórmula (IV).

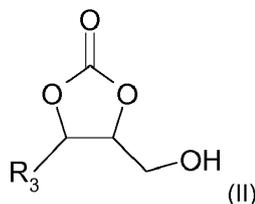
- 5 Un compuesto de fórmula (IV) puede, por ejemplo, separarse de la mezcla de reacción (o después de otras etapas del proceso) y convertirse en condiciones adecuadas en un compuesto de fórmula (I) (ciclación, por ejemplo, mediante fosgeno o dimetil carbonato; de manera análoga a una preparación del compuesto de fórmula (II)). Así, en algunos casos, un procedimiento según la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente) se prefiere para la preparación de un compuesto de fórmula (I)
- 10



en la que R<sub>3</sub> se selecciona de H y grupos alquilos lineales, ramificados o cíclicos de C<sub>1-12</sub>,

(a) con los siguientes pasos:

- 15 - Suministro o preparación de un compuesto de la fórmula (II)

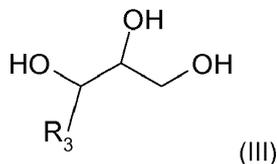


donde R<sub>3</sub> tiene el significado seleccionado para la fórmula (I)

- Una oxidación catalizada por platino del compuesto de la fórmula (II) con oxígeno gaseoso para dar el compuesto de la fórmula (I)

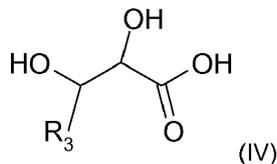
- 20 y además  
(b) con los siguientes pasos:

- Proporcionar o producir un compuesto de la fórmula (III)



- 25 en la que R<sub>3</sub> tiene el significado seleccionado para la fórmula (I)

- Una oxidación catalizada por platino del compuesto de la fórmula (III) con oxígeno gaseoso para dar un compuesto de la fórmula (IV)



y opcionalmente el paso:

- 30 - convirtiendo el compuesto de la fórmula (IV) en el compuesto de la fórmula (I). La conversión del compuesto de la fórmula (IV) en el compuesto de la fórmula (I) se lleva a cabo, como ya se ha mencionado anteriormente, preferentemente en presencia de dimetilcarbonato o fosgeno.

Particularmente se prefiere un procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), donde para la oxidación catalizada por platino se usa un catalizador que comprende el platino como un sólido, comprendiendo preferentemente el platino como un sólido en un material de soporte, de manera particularmente preferente comprende el platino como un sólido en el carbono.

Se seleccionan materiales de apoyo especialmente preferidos del grupo formado por  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , zeolitas,  $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$ , carbono y sus mezclas, en donde el carbono es un material de apoyo especialmente preferido.

Un catalizador particularmente preferido para la oxidación catalizada por platino es un catalizador de "platino (como sólido) sobre carbono" (también conocido como platino soportado), donde la carga del platino sobre el carbono está preferentemente en el intervalo del 4 % p/p Pt/C al 12 % p/p Pt/C, en particular preferentemente en el intervalo del 5 % p/p Pt/C al 10 % p/p Pt/C. Nuestras propias investigaciones han demostrado que en algunos casos se observó una formación indeseablemente alta de  $\text{CO}_2$  (descarboxilación) con una carga de menos del 4 % p/p de Pt/C.

Preferentemente, la cantidad total del platino soportado en un procedimiento de acuerdo a la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente) es del 2.5 al 10 % en moles, preferiblemente del 4 al 8 % en moles, particularmente preferiblemente del 4 al 6 % en moles, en cada caso basado en la cantidad total del compuesto de la fórmula (II).

Se prefiere particularmente un procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), en el que para la oxidación catalizada por platino se usa un catalizador de "platino (como sólido) sobre carbón" para la oxidación con oxígeno gaseoso, en el que

- la carga de platino en el carbono está en el intervalo del 4 % p/p Pt/C al 12 % p/p Pt/C, preferentemente en el intervalo del 5 % p/p Pt/C al 10 % p/p Pt/C y
- a cantidad total del platino soportado (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente) es del 2,5 al 10 % en moles, preferentemente del 4 al 8 % en moles, particularmente preferentemente del 4 al 6 % en moles, en cada caso basado en la cantidad total del compuesto de la fórmula (II).

Investigaciones propias han demostrado que normalmente se obtienen buenos resultados (rendimientos aceptables y cantidades aceptables) cuando hay una relación definida entre el platino y la cantidad total del compuesto de la fórmula (II). Un procedimiento según la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente) es por lo tanto preferido, por lo que al principio del paso de la oxidación catalizada por platino la proporción molar del platino usado al compuesto de la fórmula (II) es mayor de 2:100, preferentemente mayor de 3:100.

Se prefiere particularmente un procedimiento de acuerdo con la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), donde  $\text{R}_3$  es hidrógeno. En este caso, el compuesto de la fórmula (I) es carbonato de ácido glicérico, el compuesto de la fórmula (II) es carbonato de glicerol (el compuesto de la fórmula (III) es glicerol y el compuesto de la fórmula (IV) es ácido glicérico). Lo que se ha dicho anteriormente y más adelante en el texto sobre las realizaciones preferentes del procedimiento según la invención se aplica en particular a un procedimiento preferido según la invención, en el que  $\text{R}_3$  significa H.

Se prefiere particularmente un procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), donde el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo en un medio acuoso. Se ha demostrado que un medio acuoso es ventajoso en la práctica, ya que los compuestos de las fórmulas (I) y (II) tienen normalmente una estabilidad en un medio acuoso que es suficiente para los fines que se persiguen (por ejemplo, estabilidad hidrolítica) o el compuesto de la fórmula (II) tiene una reactividad suficientemente buena. Además, se puede proporcionar fácilmente un medio acuoso y, tras la finalización del procedimiento según la invención, es comparativamente fácil trabajar hasta aislar el compuesto de la fórmula (I).

Preferentemente un procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente), en el que el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos temporalmente, preferentemente de forma predominante en el tiempo, a una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferiblemente en el intervalo de 50 a 82 °C, particularmente de manera preferente en el intervalo de 68 a 82 °C. El paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo preferentemente a una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, particularmente preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C.

Las temperaturas en el intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, en especial preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C, son particularmente ventajosas, ya que tales temperaturas pueden ser alcanzadas a presión atmosférica normal. Esto permite un diseño de procedimiento comparativamente simple. Las temperaturas <50 °C conducen a un procedimiento de reacción muy lenta, lo que es particularmente antieconómico. Las temperaturas superiores a 82 °C conducen a una creciente descomposición (formación de  $\text{CO}_2$ , hidrólisis) de los

eductos o productos y por lo tanto a un deterioro del rendimiento. Este efecto es particularmente pronunciado cuando las temperaturas superan los 90 °C.

5 Como ya se ha mencionado anteriormente, los compuestos de las fórmulas (I) y (II) tienen suficiente estabilidad hidrolítica en un medio acuoso para los presentes fines. Esta estabilidad hidrolítica no sólo depende del disolvente o disolventes usados (preferentemente agua), sino también del valor del pH del medio acuoso correspondiente (especialmente cuando se usa agua como único disolvente). Como también se ha explicado anteriormente, el compuesto de fórmula (I) producido es un ácido orgánico cuya disociación del grupo carboxilo en presencia de agua provoca una reducción del pH en el medio acuoso durante el curso de la reacción. Los valores de pH superiores a 6, en particular >7, tienen un efecto adverso sobre la estabilidad del carbonato de glicerol (compuesto de fórmula (II), donde R<sub>3</sub> significa H) y del carbonato ácido de glicerol (compuesto de fórmula (I), donde R<sub>3</sub> significa H). La susceptibilidad a la hidrólisis aumenta con el incremento del valor del pH. En cambio, un pH comparativamente bajo (menos de 6) estabiliza los compuestos de las fórmulas (I) y (II), donde cada R<sub>3</sub> denota preferentemente H.

15 Un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) es por lo tanto particularmente preferido, donde al principio del paso de la oxidación catalizada por platino, un pH de 7 o <7 está presente en el medio acuoso, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 6.

20 En un procedimiento preferido según la invención, el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos temporalmente, preferentemente de forma predominante en el tiempo, a una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, particularmente preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C. En estos diseños de procedimientos preferidos, el valor del pH en el medio acuoso al comienzo de la oxidación está preferentemente en el intervalo de 4 a 7, preferentemente en el intervalo de 4 a 6. A una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, particularmente preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C, y un pH en el intervalo de 4 a 7, preferentemente en el intervalo de 4 a 6 (en cada caso basado en el comienzo de la oxidación), el compuesto de la fórmula (II) todavía exhibe una oxidabilidad suficientemente alta así como estabilidad contra reacciones secundarias indeseadas y puede así convertirse fácilmente en un compuesto de la fórmula (I).

30 Se ha demostrado en investigaciones propias que normalmente es ventajoso llevar a cabo el procedimiento según la invención de tal manera que el pH en el medio acuoso sea el resultado de la disociación del compuesto de la fórmula (I) (y, en su caso, adicionalmente de la fórmula (IV)). Como ya se ha explicado anteriormente, en particular la presencia del compuesto de la fórmula (I) en el medio acuoso da lugar a un descenso del pH hasta (al menos aproximadamente) alcanzar un pH que corresponde al pH intrínseco de este compuesto (en particular el compuesto de la fórmula (I), siendo R<sub>3</sub> preferentemente H) en el medio acuoso. El pH intrínseco de un compuesto es el pH que está presente en un medio acuoso en una concentración dada de este compuesto y sobre la base del valor pKa asociado a este compuesto. Preferentemente un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), en donde el paso de platino-catalizador la oxidación se lleva a cabo de tal manera que con la formación del compuesto de fórmula (I) disminuye el pH de medio acuoso, preferentemente en al menos 2 unidades de pH, particularmente preferentemente en al menos 3 unidades de pH, más allá preferentemente en al menos 4 unidades de pH, particularmente preferentemente en 6 unidades de pH.

45 Por ejemplo, existe un valor de pH que disminuye en 2,5 unidades de pH si, a partir de un valor de pH inicial de 4,5, por ejemplo, el valor de pH del medio acuoso disminuye a 2 durante la oxidación (ver los ejemplos más adelante). En particular, el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo preferentemente de tal manera que, con la formación del compuesto de la fórmula (I) (donde R<sub>3</sub> es preferentemente H), el pH en el medio acuoso se encuentra en el intervalo de 2 a 0, preferentemente en el intervalo de 1,4 a 0,2.

50 Se ha demostrado sorprendentemente en nuestras propias investigaciones que el catalizador de platino soportado (para catalizadores preferidos, véase anteriormente en el texto) preferentemente usado en el procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) todavía tiene suficiente actividad en un medio acuoso con los valores de pH antes descritos. Los compuestos de las fórmulas (I) y (II), donde R<sub>3</sub> denota preferentemente H, están en gran medida protegidos de la hidrólisis en estas condiciones para los presentes fines. Como ya se ha mencionado anteriormente, uno de los objetivos de la presente invención era proporcionar un procedimiento que pueda llevarse a cabo fácilmente y sin grandes gastos operativos. Ha resultado sorprendentemente que el catalizador de platino soportado para ser usado preferentemente todavía tiene actividad suficiente en los valores de pH anteriormente determinados, no siendo necesaria una determinación continua y, dado el caso, un ajuste del valor de pH del medio acuoso en el procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido). Normalmente, el pH se mantiene dentro de un cierto intervalo de pH en condiciones menos ácidas mediante la adición de bases (por ejemplo, en las oxidaciones de Heyns). Sin embargo, en el procedimiento según la invención, no es necesario tomar medidas para contrarrestar el valor de pH intrínseco que se establece en el medio acuoso mediante la adición continua o escalonada de una base. Además, no es necesario usar un medio acuoso con un sistema tampón para contrarrestar la disminución del pH que se produce durante la reacción por disociación del ácido formado como producto. Esto simplifica el procedimiento y reduce los costes necesarios para llevarlo a cabo. Un procedimiento según la invención (como se

describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) es así particularmente preferido, por lo que el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo sin la adición de una base o de un tampón.

5 Nuestras propias investigaciones han demostrado que normalmente se obtiene un rendimiento particularmente bueno del compuesto de la fórmula (I), aunque el valor del pH en el medio acuoso sea bajo (véanse las explicaciones anteriores). En algunos casos se prefiere un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), no finalizándose el paso de la oxidación catalizada por platino antes de que el pH descienda (viniendo de valores de pH más altos) por debajo del valor 2, preferentemente del valor 1, en particular preferentemente del valor 0,5, estando el pH al comienzo del paso de la oxidación del platino catalizado a un valor de 7 o menor de 7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 6, o en donde en el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos hasta (viniendo de valores de pH más altos) que se desciende de un valor de pH de 2, preferentemente de 1, en particular preferentemente de 0,5, en donde al principio del paso de la oxidación catalizada por platino en medio acuoso hay un valor de pH de 7 o de menos de 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 6.

Por lo tanto, es particularmente ventajoso llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención (como se ha descrito anteriormente, preferentemente como se ha definido anteriormente como preferido) preferentemente de tal manera que se alcance al menos un valor de pH objetivo antes de que se termine la reacción (a partir de un cierto valor de pH inicial más alto). Este procedimiento es particularmente ventajoso si el procedimiento según la invención se lleva a cabo como un procedimiento por lotes. Preferentemente, el paso de la oxidación catalizada por platino no se termina antes de que el pH (procedente de valores de pH más altos) caiga por debajo del valor 2, preferentemente del valor 1, en particular preferentemente del valor 0,5 (por lo que al principio del paso de la oxidación catalizada por platino, un valor de pH de 7 o menor de 7 está presente en el medio acuoso, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 6), o en donde el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos hasta que (viniendo de valores de pH más altos) se desciende por debajo de un valor de pH de 2, preferentemente de 1, particularmente de manera preferente de 0,5 (en donde al principio del paso de la oxidación catalizada por platino en el medio acuoso existe un valor de pH de 7 o <7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 6), en donde el paso de la oxidación catalizada por platino (en cada caso con respecto a las dos alternativas antes mencionadas) tiene lugar al menos temporalmente, preferentemente de forma predominante en el tiempo, a una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, particularmente preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C.

35 Particularmente preferido es un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), en el que la preparación del compuesto de la fórmula (I) es del 90 % o superior después de finalizar el paso de la oxidación catalizada por platino y el pH del medio acuoso ha caído preferentemente por debajo del valor de 0,5 (véanse los ejemplos que figuran a continuación en el texto). Particularmente preferido es un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), en donde el paso de la oxidación catalizada por platino de oxidación no finaliza antes de que el pH del medio acuoso haya alcanzado el pH propio (o el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo hasta que el pH del medio acuoso corresponde aproximadamente al pH intrínseco del compuesto de la fórmula (I)), en donde preferentemente el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos temporalmente, preferentemente de forma predominante a lo largo del tiempo, a una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, en particular preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C.

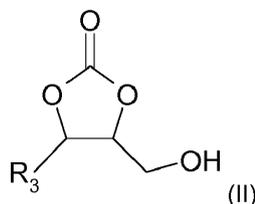
Como ya se ha explicado anteriormente en el texto, la oxidación catalizada por platino tiene lugar con el oxígeno gaseoso. El oxígeno puede usarse de diversas maneras para oxidar el compuesto de la fórmula (II) (dado el caso también para oxidar un compuesto de la fórmula (III)). Un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) es particularmente preferido, en donde el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo de tal manera que el oxígeno gaseoso se introduce en el medio acuoso. Un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) es particularmente preferido, en donde el oxígeno gaseoso se introduce en el medio acuoso en forma de aire gaseoso u oxígeno gaseoso puro (por ejemplo, oxígeno técnico con un contenido de oxígeno mayor del 99 %). Preferentemente, el gas introducido (por ejemplo, aire gaseoso u oxígeno gaseoso puro) se introduce en el medio acuoso de tal manera que el gas introducido fluye a través del medio acuoso y preferentemente el tiempo de contacto con el medio acuoso es máximo.

60 Es preferente un procedimiento según la invención (como se ha descrito anteriormente, preferentemente como se ha definido anteriormente como preferido), en donde el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo a presión atmosférica. Dependiendo de otras aplicaciones, puede ser preferido para realizar el procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) de tal manera que el paso de la oxidación catalizada por platino se realiza a una presión en un intervalo de 1 a 50 bares, preferentemente en un intervalo de 1 a 10 bares, particularmente preferentemente en un intervalo de 1 a 2 bares.

5 Particularmente se prefiere un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), en donde los compuestos con las fórmulas (I) a (IV) (en particular los compuestos de las fórmulas (I) y (II)) se disuelven en un medio acuoso (preferentemente un medio acuoso como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) (solución acuosa). Esto es particularmente ventajoso si se usa un catalizador de platino con soporte preferido para la oxidación catalizada por platino (para los catalizadores preferidos, véase más arriba). En este caso, el catalizador heterogéneo de platino puede separarse de la solución acuosa mediante simples procedimientos de separación mecánica (por ejemplo, mediante filtración, centrifugación y/o sedimentación). Si se produce una reacción completa o casi completa de un compuesto de la fórmula (II) a un compuesto de la fórmula (I), el medio de reacción (por ejemplo, el filtrado) separado del catalizador contiene exclusivamente o casi exclusivamente el producto de reacción deseado de la fórmula (I). En estas condiciones, el producto de la fórmula (I) puede obtenerse de manera sencilla y sin grandes esfuerzos operativos y técnicos. En un paso posterior, el agua del disolvente se extrae preferentemente (se evapora), preferiblemente al vacío (por ejemplo, en un evaporador rotativo).

15 La presente invención también se refiere a la aplicación (o uso) de la oxidación de Heyns para producir el compuesto de la fórmula (I). De acuerdo con la invención, la presente invención se refiere así a la aplicación (o uso) de la oxidación de Heyns

20 (a) Para la oxidación de un compuesto de la fórmula (II)

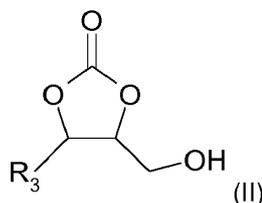


25 en donde  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo de  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos, en donde la oxidación de Heyns tiene lugar sin la adición de una base o un tampón.

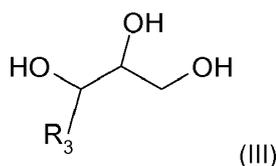
Lo que se ha dicho anteriormente sobre el procedimiento según la invención se aplica en consecuencia a la aplicación (o uso) según la invención.

30 Como ya se ha mencionado en el texto anterior (y sin estar obligados por este supuesto), no se excluye en el procedimiento de la invención que un compuesto de la fórmula (III) (que puede estar presente en el medio acuoso preferido del procedimiento de la invención) se convierta en un compuesto de la fórmula (IV) mediante el paso de la oxidación catalizada por platino. En este caso se prefiere una aplicación (o uso) de la oxidación de Heyns según la invención

35 (a) Para la oxidación de un compuesto de la fórmula (II)



40 en donde  $R_3$  se selecciona de entre el H y los grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos, y además (b) Para la oxidación de un compuesto de la fórmula (III)



en donde  $R_3$  tiene el significado seleccionado para la fórmula (II) en donde la oxidación de Heyns tiene lugar sin la adición de una base o un tampón.

La "oxidación de Heyns" se refiere a la oxidación de alcoholes primarios orgánicos a ácidos orgánicos en presencia de oxígeno y de platino en medios acuosos, especialmente a un valor básico de pH. Los detalles sobre la reacción de Heyns figuran en el libro técnico "Oxidation of Primary Alcohols to Carboxylic Acids, A Guide to Current Common Practice" (Oxidación de alcoholes primarios en ácidos carboxílicos, una guía de la práctica común actual), de Gabriel Tojo y Marcos Fernández, en las páginas 43 a 60.

La aplicación (o uso) de la "oxidación Heyns" da lugar así a un procedimiento (preferentemente un procedimiento preferido según la invención, si las temperaturas y/o los valores de pH preferidos están presentes) en el que el grupo hidroxilo primario de un compuesto de fórmula (II) (y dado el caso un compuesto de fórmula (III)) se convierte en un grupo carboxilo por oxidación en presencia de oxígeno gaseoso (dando lugar a un compuesto de fórmula (I) (y dado el caso un compuesto de fórmula (IV))). La reacción de oxidación que tiene lugar en este procedimiento comprende la oxidación del grupo hidroxilo a un grupo de aldehído y la posterior oxidación del grupo de aldehído a un grupo carboxilo. Si la etapa de oxidación tiene lugar en condiciones anhidras, no se produce la oxidación completa a un grupo carboxilo, sino que el grupo hidroxilo primario se oxida únicamente al grupo aldehído.

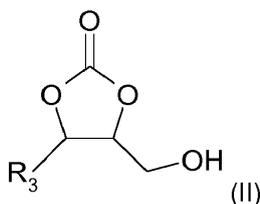
Se prefiere especialmente la aplicación (o uso) de la oxidación de Heyns (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido), realizándose el paso de la oxidación al menos temporalmente, preferentemente de forma predominante a lo largo del tiempo, a una temperatura en el intervalo de 50 a 90 °C, preferiblemente en el intervalo de 50 a 82 °C, especialmente de manera preferente en el intervalo de 68 a 82 °C.

Se prefiere particularmente la aplicación de acuerdo con la invención (o uso) de la oxidación de Heyns (como se ha descrito anteriormente, preferentemente como se ha definido anteriormente como preferida), donde (independientemente de la temperatura mencionada o además de la temperatura mencionada) el paso de la oxidación no se termina antes de que el pH (procedente de valores de pH más altos) caiga por debajo del valor 2, preferentemente del valor 1, particularmente preferentemente del valor 0,5, en donde al principio del paso de la oxidación catalizada por platino existe en el medio acuoso un valor de pH de 7 o menos de 7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 6 o en donde en el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo por lo menos hasta (viniendo de valores de pH más altos) que el pH está por debajo de un valor de 2, preferiblemente de 1, particularmente de manera preferente de 0.5, en donde al principio del paso de la oxidación catalizada por platino existe en el medio acuoso un valor de pH de 7 o <7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en el intervalo de 4 a 6.

La presente invención también se refiere a una mezcla que comprende

- un catalizador que comprende el platino como un sólido, preferentemente comprendiendo el platino como un sólido en un material de soporte, particularmente preferentemente comprendiendo el platino como un sólido en el carbono, así como
- uno o más compuestos seleccionados del grupo formado por

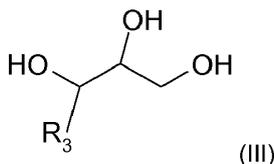
(a) compuestos de la fórmula (II)



en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos y opcionalmente

uno o más compuestos seleccionados del grupo formado por

(b) compuestos de la fórmula (III)



en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos.

Preferentemente, la mezcla según la invención (como se ha descrito anteriormente) comprende uno o más (preferentemente uno, en particular preferentemente un compuesto de fórmula (II), donde  $R_3$  significa H) compuestos

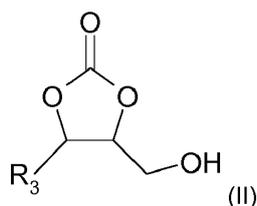
de fórmula (II) y uno o más (preferentemente uno, particularmente preferentemente un compuesto de fórmula (III), donde  $R_3$  significa H) compuestos de fórmula (III), donde la fracción molar del compuesto de fórmula (II) es preferentemente del 95 % o más del 95 %, preferiblemente del 97 % o más del 97 %, basado en la fracción molar total de compuestos de fórmula (II) y (III).

5 Lo anterior con respecto al procedimiento según la invención o lo anterior con respecto a la aplicación de la oxidación de Heyns según la invención es aplicable en consecuencia a la mezcla según la invención.

10 La mezcla según la invención descrita anteriormente se usa preferentemente en el punto de partida en un procedimiento de acuerdo con la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) o preferentemente en el punto de partida en la aplicación (o uso) de la oxidación de Heyns (como se ha descrito anteriormente, preferiblemente definido como preferido anteriormente) de acuerdo con la invención (por ejemplo, en un diseño de procedimiento conocido como procedimiento por lotes). Como ya se ha explicado anteriormente en el texto, las reacciones secundarias ocurren regularmente en un procedimiento según la invención (para reacciones secundarias específicas, véase anteriormente en el texto).

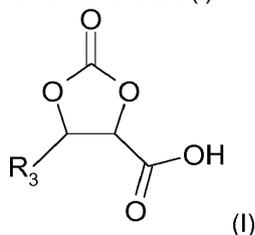
15 En algunos casos, se prefiere una mezcla (como la descrita anteriormente, preferentemente definida como preferida anteriormente), que comprende

- 20
- un catalizador que comprende el platino como un sólido, preferentemente comprendiendo el platino como un sólido en un material de soporte, particularmente de manera preferente comprendiendo el platino como un sólido en el carbono
  - uno o más (preferiblemente uno) compuesto de la fórmula (II)



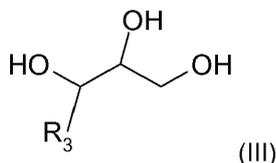
25 en la que  $R_3$  se selecciona de H y de grupos alquilo  $C_{1-12}$  de cadena lineal, ramificada o cíclica y

(a) Uno o más (preferentemente uno) compuestos de la fórmula (I)



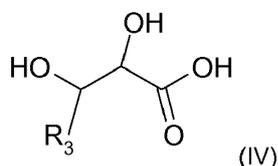
30 en la que el  $R_3$  se selecciona de entre el H y los grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos y preferentemente

(b) uno o más (preferentemente uno) compuestos de la fórmula (III)



35 en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos y preferentemente

(c) Uno o más (preferiblemente uno) compuestos de la fórmula (IV)

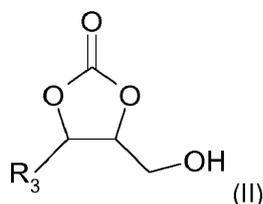


en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos.

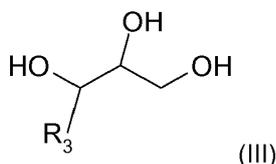
5 La mezcla preferida descrita anteriormente se obtiene o usa preferentemente como mezcla de reacción en un procedimiento según la invención (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) o preferentemente en la aplicación (o uso) de la oxidación de Heyns (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) según la invención (por ejemplo, en una configuración de procedimiento continuo).

10 La presente invención se refiere también al uso de una mezcla (como se describió anteriormente, preferentemente como se definió anteriormente como preferido) que comprende

- un catalizador que comprende el platino como un sólido, preferentemente comprendiendo el platino como un sólido en un material de soporte, particularmente de manera preferente comprendiendo el platino como un sólido en el carbono,
- 15 y
- uno o más compuestos seleccionados del grupo formado por
  - (a) Los compuestos de la fórmula (II)



20 en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos y, opcionalmente, uno o más compuestos seleccionados del grupo formado por



en la que  $R_3$  se selecciona de H y grupos alquilo  $C_{1-12}$  lineales, ramificados o cíclicos

25 en un procedimiento para la preparación de un compuesto de fórmula (yo), preferentemente en un procedimiento según la invención (como se ha descrito antes, preferentemente tal como se definió anteriormente como preferente) para producir un compuesto de fórmula (I). Particularmente se prefiere un uso según la invención de la mezcla según la invención descrita anteriormente, en donde la mezcla según la invención comprende uno o más (preferentemente uno, particularmente se prefiere un compuesto de fórmula (II), donde  $R_3$  significa H) compuestos de fórmula (II) y uno

30 o más (preferentemente uno, particularmente se prefiere un compuesto de fórmula (III), donde  $R_3$  significa H) compuestos de fórmula (III).

La invención se explica a continuación mediante ejemplos.

35 **Ejemplos:**

**1. Montaje experimental general:**

40 En un primer paso, se añadió un catalizador "platino sobre carbón" a una solución acuosa de carbonato de glicerol (compuesto de la fórmula (II), donde  $R_3$  significa H, en agua) (de ahora en adelante, las especificaciones del catalizador son molares en relación con el carbonato de glicerol).

En un segundo paso, la solución mezclada con un catalizador heterogéneo (de ahora en adelante, la suspensión) se calentó a la temperatura deseada y se introdujo oxígeno (99,995 %, Air Liquide) en la suspensión por medio de una frita a la presión o el flujo deseados (véase la tabla 1) durante la duración de la prueba.

45 En un tercer paso, a) se determinó la relación entre el compuesto de la fórmula (I) y el compuesto de la fórmula (II) y b) se determinó la relación entre el compuesto de la fórmula (I) y el compuesto de la fórmula (IV) por medio de  $^1\text{H}$ - y  $^{13}\text{C}$ -NMR en diferentes momentos.

Para más detalles e información sobre los parámetros experimentales, véase el punto 2 y la Tabla 1 más adelante.

50 **2. Parámetros y resultados experimentales específicos:**

Los detalles y los parámetros de la prueba se resumen en la siguiente tabla 1. Donde:

- "#" número de muestra
- 5 - Flujo de oxígeno "O<sub>2</sub>[l/h]" (con control de reacción abierta; se refiere a los ejemplos 1 a 12)
- "Presión [bar]" significa la presión de oxígeno en el reactor (con control de reacción cerrado; se refiere a los ejemplos 13 a 15)
- "GC [% p/p]" Concentración de carbonato de glicerina en el agua
- "Pt [% en moles]" es la cantidad de platino soportado usado en relación con la cantidad total de carbonato de glicerina en la suspensión
- 10 - "Pt/C [% p/p]" Carga del catalizador heterogéneo con platino
- "Descarga [%]" rendimiento bruto relacionado con la conversión del 100 %, donde el rendimiento bruto se refiere al residuo de la suspensión después de la eliminación del catalizador por filtración y evaporación de los componentes volátiles ligeros
- 15 - ("I):(II)" Relación de cantidad de carbonato de ácido glicérico a carbonato de glicerina (medida de la conversión y la selectividad)
- ("I):(IV)" es la relación molar del carbonato de ácido glicérico con el ácido glicérico (medida de la selectividad y el alcance de la reacción de degradación).

20 Los catalizadores usados fueron de platino en los catalizadores de carbón Sigma Aldrich con los siguientes números de producto:

Pt/C [% p/p] 10: Número de producto: 80980 - Pt/C [% p/p] 5: Número de producto: 80982

Tabla 1

#	O <sub>2</sub> [l/h]	Presión [bar]	T [°C]	t [h]	GC [% p/p]	Pt [% en moles]	Pt/C [w/w %]	Descarga [%]	(I):(II)	(I):(IV)
1	22,5	-	70	12	8,3	5	10	0	-	-
2	22,5	-	70	2	8,3	5	10	-	81	95
3	22,5	-	70	3	8,3	5	10	-	88	92
4	22,5	-	70	4	8,3	5	10	93	92	92
5	22,5	-	80	4	8,3	5	10	70	99	92
6	22,5	-	90	4	8,3	5	10	60	99	92
7	22,5	-	90	2	8,3	5	10	-	96	96
8	22,5	-	90	2	12	5	10	-	60	90
9	22,5	-	90	2	15,3	5	10	-	16	89
10	65,0	-	70	2	8,3	5	10	-	74	94
11	65,0	-	70	4	8,3	5	10	-	87	93
12	22,5	-	70	2	8,3	5	10	-	81	95
13	-	2	70	2	8,3	5	5	55	91	89
14	-	2	70	2	8,3	5	10	80	90	92
15	-	2	70	2	8,3	2,5	10	78	69	91

- 25 En los ejemplos 2, 3 y 7 a 12 no se determinó la "descarga".  
 El ejemplo 1 muestra que después de un tiempo de reacción de 12 horas todos los reactivos se descompusieron completamente en CO<sub>2</sub>. El tiempo de reacción preferido está en el intervalo de 2 a 4 horas.  
 El ejemplo 5 muestra (comparado con los ejemplos 4 y 6) que a una temperatura de reacción particularmente preferida de 80 °C y un tiempo de reacción preferido de 4 horas, se logró un óptimo de selectividad con pérdidas moderadas en el rendimiento.
- 30 El ejemplo 7 muestra (comparado con los ejemplos 8 y 9) que una concentración de carbonato de glicerina del 8,3 % p/p da lugar a relaciones muy elevadas de "I):(II)" y "I):(IV)", en comparación con las concentraciones del 12 y el 15,3 % p/p en los ejemplos 8 y 9, respectivamente, con tiempos de reacción por lo demás idénticos.
- 35 Los ejemplos 2, 10 y 11 muestran que un aumento de la tasa de flujo de oxígeno no conlleva un aumento significativo de las relaciones "I):(II)" y "I):(IV)" (ni para un tiempo de reacción de 2 o 4 horas).  
 Por el contrario, los ejemplos 12 y 14 muestran que un aumento de la presión en el reactor (es decir, con un control de reacción cerrado) conduce a un aumento de la relación "I):(II)".  
 Los resultados anteriores de los ejemplos realizados muestran que la carga del catalizador heterogéneo con platino influye en los parámetros de la reacción, el tiempo de reacción y la temperatura de reacción ("t" o "T"), pero no en la

calidad de la reacción (puede leerse en las relaciones "(I):(II)" y "(I):(IV)"). Por ejemplo, los ejemplos 13 y 14 muestran que la reacción con un catalizador de carga reducida (ejemplo 13) conduce a relaciones muy similares "(I):(II)" y "(I):(IV)", pero con un rendimiento significativamente menor (con idéntico tiempo de reacción). Los ejemplos 14 y 15 muestran que una reducción de la cantidad absoluta de platino (véase la columna Pt [% en moles]) tiene un efecto negativo en la relación "(I):(II)".

Según la tabla 1, los ejemplos 4, 5 y 14 representan realizaciones del procedimiento particularmente preferidas.

En todas las reacciones de oxidación realizadas, se observó que el valor de pH del respectivo medio acuoso era <0,5 después de 120 minutos, a partir de un valor inicial de pH en el intervalo de 4 a 5 (a "t" = 0 horas y las temperaturas indicadas en la Tabla 1). El valor del pH, por lo tanto, cayó al menos 3 unidades de pH en cada uno de los ejemplos. No se añadió ninguna base o amortiguador a ninguna de las suspensiones.

El curso de los valores de pH se muestra con más detalle en la Tabla 2, usando tres ejemplos de reacciones seleccionadas. El ejemplo de reacción mostrado en la tabla 2, que se llevó a cabo a una temperatura de 70 °C, corresponde a los ejemplos 10 y 11 de la tabla 1. El ejemplo de reacción mostrado en la tabla 2, que se llevó a cabo a una temperatura de 80 °C, corresponde al ejemplo 5, el ejemplo de reacción llevado a cabo a 90 °C corresponde al ejemplo 6 de la tabla 1.

Tabla 2:

70 °C				80 °C				90 °C			
Tiempo [min]	(I):(II)	(I):(IV)	pH	Tiempo [min]	(I):(II)	(I):(IV)	pH	Tiempo [min]	(I):(II)	(I):(IV)	pH
0	0	0	5,9	0	0	0	4,3	0	0	0	4,8
60	59	100	0,5	30	33	100	0,8	30	21	100	0,9
120	74	94	0,6	60	68	94	0,6	60	55	89	0,4
180	82	93	0,4	90	84	93	0,2	90	61	88	0,4
240	87	93	0,4	120	91	95	0,2	120	85	90	0,4
300	92	92	0,4	150	94	93	0,2	150	95	94	0,4
360	94	89	0,3	180	98	93	0,2	180	99	94	0,4
420	96	89	0,2	210	99	93	0,1	210	99	92	0,4
480	100	87	0,2	240	99	92	0,1	240	99	92	0,4

Además, se investigó la influencia de la estabilización del pH. En el ejemplo 16 el valor del pH fue amortiguado durante la reacción a pH = 5.5, en el ejemplo 17 el valor del pH no se estabilizó. En la tabla 3 abajo se resumen más detalles y parámetros experimentales.

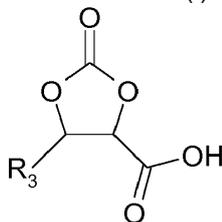
Tabla 3

#	O <sub>2</sub> [l/h]	Presión [bar]	T [°C]	t [h]	GC [% p/p]	Pt [% moles]	en	Pt/C [% p/p]	Tampón [pH]	(I):(II)	(I):(IV)
16	22,5	-	90	5	2,5	2,5		10	5,5	41	34
17	22,5	-	90	5	2,5	2,5		10	-	98	94

La comparación entre los ejemplos 16 y 17 muestra que se pueden lograr rendimientos y selectividad mucho mayores si no se realiza ningún tamponamiento.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de preparación de un compuesto de la fórmula (I)

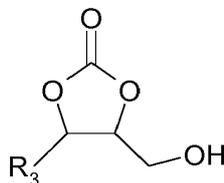


(I)

en la que R<sub>3</sub> se selecciona de H y grupos alquilo C<sub>1-12</sub> lineales, ramificados o cíclicos,

5

(a) con los siguientes pasos:  
proporcionar o preparar un compuesto de la fórmula (II)



(II)

10

en la que R<sub>3</sub> tiene el significado seleccionado para la fórmula (I), y una oxidación catalizada por platino del compuesto de la fórmula (II) con oxígeno gaseoso para dar el compuesto de la fórmula (I), en donde el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo en medio acuoso, existiendo al comienzo del paso de la oxidación catalizada por platino un valor de pH de 7 o menos de 7 y descendiendo por lo menos 2 unidades de pH al formarse el compuesto de la fórmula (I).

15

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se usa un catalizador para la oxidación catalizada por platino que comprende el platino como sólido, preferentemente comprende el platino como sólido en un material de soporte, en particular, preferentemente comprende el platino como sólido en el carbono.

20

3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que R<sub>3</sub> significa hidrógeno.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que al comienzo del paso de la oxidación catalizada por platino, el pH en el medio acuoso se encuentra en un intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 6.

25

5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo de tal manera que, con la formación del compuesto de la fórmula (I), el pH disminuye por lo menos en 3 unidades de pH, más preferentemente por lo menos en 4 unidades de pH, en particular preferentemente en 6 unidades de pH.

30

6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4 y 5, en el que el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo sin adición de una base o de un tampón.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 4 a 6, en el que el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos hasta que se desciende por debajo de un valor de pH de 2, preferiblemente de 1, particularmente de manera preferente de 0,5, en donde al principio del paso de la oxidación catalizada por platino existe en el medio acuoso un valor de pH de 7 o menos de 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 7, preferentemente un pH en un intervalo de 4 a 6.

35

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que al comienzo del paso de la oxidación catalizada por platino, la proporción molar del platino usado al compuesto de la fórmula (II) es superior a 2:100, preferentemente superior a 3:100.

40

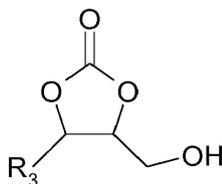
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones, en el que el paso de la oxidación catalizada por platino se lleva a cabo al menos temporalmente, preferentemente de forma predominante en el tiempo, a una temperatura en el

45

intervalo de 50 a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 50 a 82 °C, en particular preferentemente en el intervalo de 68 a 82 °C.

5 **10.** Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 4 a 9, en el que la etapa de oxidación catalizada por platino se lleva a cabo de tal manera que se introduce el oxígeno gaseoso en el medio acuoso.

**11.** Aplicación de la oxidación de Heyns  
(a) para la oxidación de un compuesto de la fórmula (II)



(II)

10

en la que R<sub>3</sub> se selecciona de H y grupos alquilo C<sub>1-12</sub> lineales, ramificados o cíclicos, en donde la oxidación de Heyns tiene lugar sin la adición de una base o de un tampón.

15

**12.** Mezcla que comprende

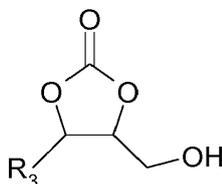
- un catalizador que comprende platino como un sólido, preferentemente comprendiendo el platino como un sólido en un material de soporte, particularmente de manera preferente comprendiendo el platino como un sólido en el carbono,

y

20

- uno o más compuestos seleccionados del grupo formado por

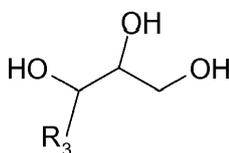
(a) Los compuestos de la fórmula (II)



(II)

25

en la que R<sub>3</sub> se selecciona de H y grupos alquilo C<sub>1-12</sub> lineales, ramificados o cíclicos y, opcionalmente, uno o más compuestos seleccionados del grupo formado por  
(b) los compuestos de la fórmula (III)



(III)

30

en la que R<sub>3</sub> se selecciona de H y grupos C<sub>1-12</sub> lineales, ramificados o cíclicos, teniendo dicha mezcla un pH de 7 o menos de 7.

35