



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 278 999**

51 Int. Cl.:

C07C 68/06 (2006.01)

C07C 68/08 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02796225 .7**

86 Fecha de presentación : **13.08.2002**

87 Número de publicación de la solicitud: **1419133**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **19.05.2004**

54 Título: **Método para la producción de carbonatos de dialquilo.**

30 Prioridad: **21.08.2001 DE 101 40 846**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.08.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.08.2007

73 Titular/es: **Cognis IP Management GmbH**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

72 Inventor/es: **Ridinger, Richard;**
Yüksel, Levent y
Fieg, Georg

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Método para la producción de carbonatos de dialquilo.

La invención está en el área de las cosmética y se relaciona con un procedimiento para la producción de aceites del tipo de carbonatos de alquilo, con los cuales se obtendrán productos con características mejoradas de olor.

Estado de la técnica

Los carbonatos de dialquilo representan nuevos materiales oleosos interesantes para la cosmética y usualmente son manufacturados mediante la transesterificación de carbonatos de dietilo o dimetilo con alcoholes grasos de cadena larga. La producción y empleo son preferibles particularmente desde el carbonato de dioctilo que bajo la denominación INCI del capronato de dicaprililo y la marca comercial Cetiol® CC (Cognis Alemania GmbH) [véase WO 97/47583 (Cognis)]. Es desventajoso sin embargo que los carbonatos posean un olor similar al sudor, de manera que es necesario para su uso en cosmética añadir un perfume. Un sistema desodorizante usual para estos casos ha demostrado ser infructuoso.

Por lo tanto el objeto de la presente invención consiste en obtener carbonatos de dialquilo que exhiban cualidades odoríferas mejoradas con respecto al estado de la técnica, con el fin de facilitar su empleo de esta forma en cosmética.

Descripción de la invención

El objeto de la invención es un procedimiento para la producción de carbonatos de dialquilo de la fórmula (I),



en donde R1 y R2 representan independientemente restos de hidrocarburos lineales o ramificados con 6 a 22 átomos de carbono y 0 o 1 a 3 dobles enlaces, por transesterificación de C1-C4-dialquilcarbonatos con alcoholes C6-C22- con los cuales se obtiene la mezcla cruda de la transesterificación

(a) de una primera rectificación y destilando los productos de bajo punto de ebullición,

(b), de tal forma que se obtienen los productos residuales de una segunda rectificación, separándose las impurezas más pesadas, y

(c) de tal manera que se obtiene finalmente un destilado en una columna de desodorización mediante vapor de agua o gases inertes de las impurezas centrales, en particular los portadores de olores.

La invención es la base de la realización, que disminuye o anula el olor impartido por los carbonatos de dialquilo a impurezas completamente diferentes, que pueden eliminarse sólo mediante procedimientos complejos. Sorprendentemente, se ha encontrado que la combinación de de dos productos de rectificación a

un producto final desodorante lo hace completamente libre de olores desagradables y que puede usarse en cosmética sin la adición de perfumes.

En la primera rectificación de la rectificación de dos etapas se separan las impurezas indeseables de bajo punto de ebullición. El producto intermedio es sometido entonces a una segunda rectificación, con la cual se dejan en el residuo sólido las impurezas más pesadas y sólo se reutiliza el destilado. Cuando sea particularmente favorable, pues poco deterioro sufren los materiales, se emprende la evaporación de la mezcla de transesterificación mientras que se recibe el destilado con la ayuda de una combinación de evaporador fino de una sección delgada y evaporador de película por goteo. La rectificación se hace en particular en columnas con empaques estructurados, los cuales exhiben preferiblemente una pérdida de presión de menos de 1-2 mbar/m. Usualmente la primera rectificación se lleva a cabo de preferencia a temperaturas dentro del rango de 180 a 250°C y a una presión reducida (de cabeza) disminuida de 0,01 a 10 mbar, a temperaturas de 180 a 200°C y, de 1 a 10 mbar. La segunda rectificación tiene lugar usualmente a temperaturas de 150 a 250°C y a una presión disminuida (de cabeza) de 0,01 a 0,5 mbar, preferiblemente a temperaturas de 150 a 180°C y una presión disminuida (de cabeza) de 0,01 a 0,5 mbar.

Desodorización

La desodorización se logra usualmente en una columna con una presión reducida de 10 a 100 mbar by con vapor de agua o gases inertes, preferiblemente nitrógeno.

El procesamiento técnico de dioctilcarbonatos fue alcanzado en dos columnas de rectificación físicamente acopladas, cada una de 0,5 m con empaque de Sulzer AG, tal como la columna de desodorización. El diámetro de la columna fue de 30 mm. La mezcla cruda de la transesterificación fue evaporada mediante una combinación de evaporadores de sección delgada y de película de goteo, empezando por la primera columna de rectificación, mediante la cual la presión de cabeza cayó a 5 mbar, con un aumento de temperatura hasta 185°C, con una pérdida de presión de aproximadamente 9 mbar con un rendimiento de 43,5% en peso de destilado a baja presión y 56,5 en peso de producto de interés obtenido. Subsecuentemente, el subproducto fue evaporado de la misma manera y se aplicó sobre la segunda columna de rectificación, con una presión de cabeza de 0,1 mbar, con una temperatura de 176°C, con una pérdida de presión de aproximadamente 9 mbar. La desodorización siguiente tomó lugar a 100°C en una columna separada con nitrógeno. Se obtuvo un producto que resultó completamente libre de olores aun después de 6 meses de almacenamiento.

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo del procedimiento.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la producción de dialquil carbonatos correspondientes a la fórmula (I):



En la cual R1 y R2 independientemente uno de otro representan radicales hidrocarburo lineales o ramificados que contienen de 6 a 22 átomos de carbono y de 0 ó 1 a 3 dobles enlaces, por transesterificación de dialquil carbonatos C1-4 con alcoholes C6-22, **caracterizado** porque

(a) la mezcla de transesterificación cruda es sometida a una primera rectificación en la cual las impurezas de bajo punto de ebullición son eliminados por destilación,

(b) el producto de "fondo" así obtenido es sometido a una segunda rectificación en la cual se retiran las impurezas de alto punto de ebullición, y

(c) finalmente, en una columna de desodorización, el destilado así obtenido es liberado de impurezas de punto de ebullición medio, bien con vapor o con gases inertes.

2. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, **caracterizado** porque la mezcla cruda

de transesterificación y/o el destilado obtenido como producto intermedio es evaporado en una combinación de evaporadores de película delgada y de película por goteo.

3. Un proceso como el reivindicado en las reivindicaciones 1 y/o 2, **caracterizado** porque la rectificación es llevada a cabo en columnas con empaques estructurados.

4. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 3, **caracterizado** porque se usan columnas con empaques estructurados que tiene una pérdida de presión de menos de 1-2 mbar/m.

5. Un proceso como el reivindicado en al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque la primera rectificación se lleva a cabo a temperaturas (fondo) de 180 a 250°C y bajo una presión reducida (cabeza) de 0.01 a 10 mbar.

6. Un proceso como el reivindicado en al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque la segunda rectificación se lleva a cabo a temperaturas (fondo) de 150 a 250°C y bajo una presión reducida (cabeza) de 0.01 a 0.5 mbar.

7. Un proceso como el reivindicado en al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque la desodorización es llevada a cabo bajo una presión reducida de 10 a 100 mbar.

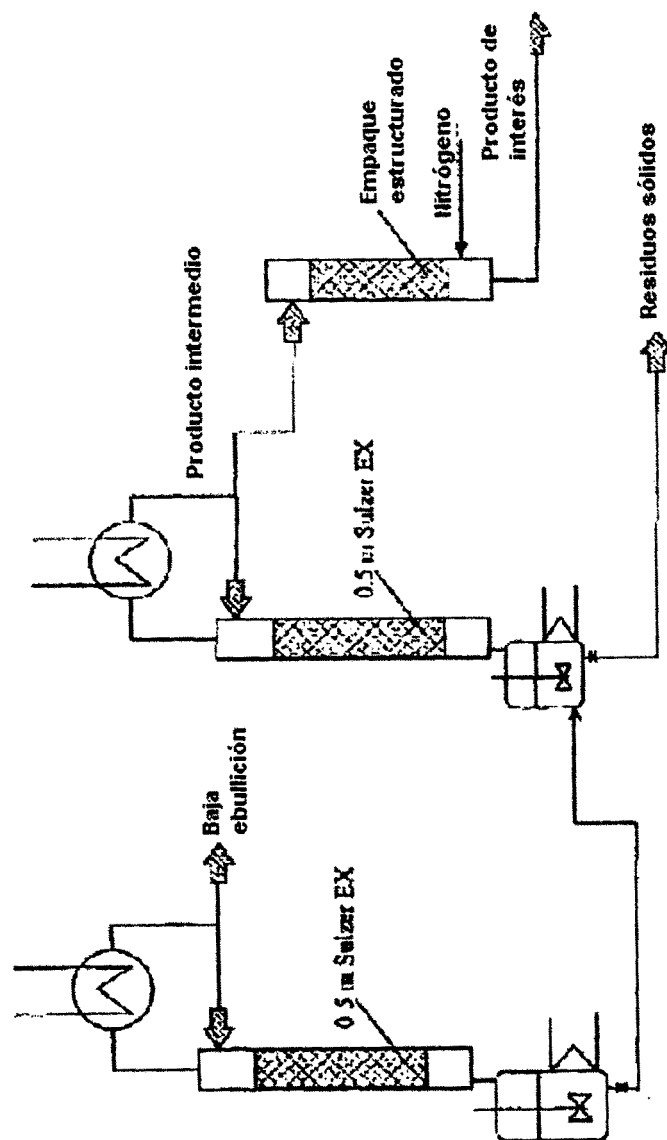


Figura 1