

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①① N° de publication :

3 127 943

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

21 10842

⑤① Int Cl⁸ : C 07 H 15/04 (2020.12)

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 13.10.21.

③③ Priorité :

⑦① Demandeur(s) : SOCIETE D'EXPLOITATION DE
PRODUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES
SEPPIC SOCIETE ANONYME — FR.

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 14.04.23 Bulletin 23/15.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦② Inventeur(s) : Illous Estelle et DESSILLA Stéphane.

⑦③ Titulaire(s) : SOCIETE D'EXPLOITATION DE PRO-
DUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES SEPPIC
SOCIETE ANONYME.

○ Demande(s) d'extension :

⑦④ Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE.

⑤④ Procédé de préparation d'alkylpolyglycosides faiblement colorés avec neutralisation du milieu réactionnel avant élimination du sucre.

⑤⑦ Procédé de préparation d'alkylpolyglycosides de cou-
leur inférieure ou égale à 1,5 vcs comprenant
successivement :

Une étape a) de glycosylation, consistant en une réac-
tion entre au moins un alcool de formule (I) et au moins un
sucre réducteur de formule (III) : H-O-(G)-H (III), en pré-
sence d'au moins un catalyseur acide (CA), à une tempéra-
ture supérieure ou égale à 100°C et inférieure ou égale à
120°C, Une étape b) de neutralisation du milieu réaction-
nel issu de l'étape a) avec une solution aqueuse compren-
ant un agent basique (Ab), Une étape c) d'élimination du
sucre de formule (III), qui n'a pas réagi à l'étape a), du milieu
réactionnel neutralisé, et Une étape d) de récupération d'au
moins une composition (C) de couleur inférieure ou égale à
1,5 vcs.

FR 3 127 943 - A1

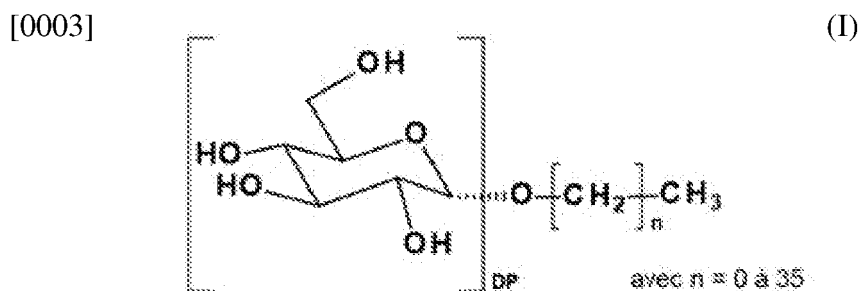


Description

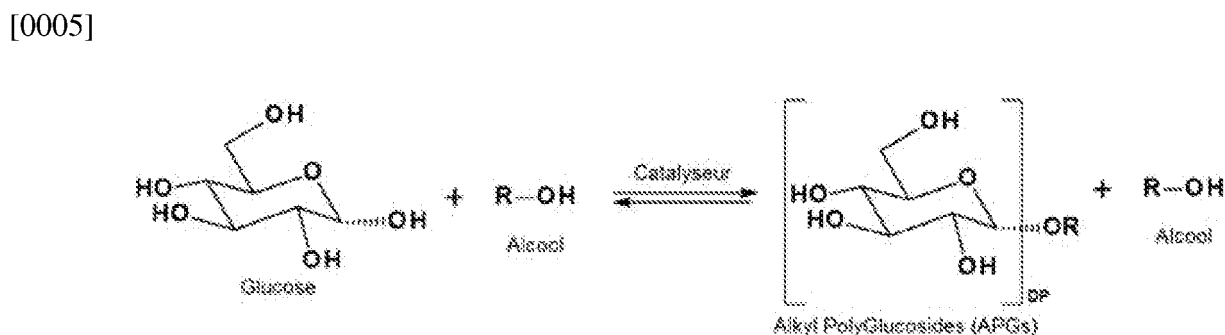
Titre de l'invention : Procédé de préparation d'alkylpolyglycosides faiblement colorés avec neutralisation du milieu réactionnel avant élimination du sucre

[0001] La présente invention est relative à un procédé de préparation d'Alkyl Polyglycosides peu colorés (couleur inférieur à 1,5 vcs) impliquant des agents de neutralisation de type carbonate.

[0002] Les AlkylPolyGlycosides ou APG sont probablement les meilleurs exemples de tensioactifs biosourcés disponibles aujourd'hui sur le marché. Leurs structures moléculaires se caractérisent par la présence simultanée d'une tête hydrophile dérivée de sucres réducteurs (D-glucose, D-xylose ou D-rhamnose sont les sucres réducteurs principalement disponibles à l'échelle industrielle sur le marché) et d'une chaîne hydrocarbonée lipophile plus ou moins longue (cf. formule I : structure simplifiée d'un APG).



[0004] Leur procédé de fabrication à l'échelle industrielle est relativement simple et utilise comme matières premières i) le glucose, le xylose ou le rhamnose cristallisé issus respectivement de l'hydrolyse totale d'amidon de blé, de maïs ou de pomme de terre ou de l'hydrolyse d'hémicelluloses de bois et ii) des alcools gras provenant de la filière oléochimique (hydrogénation d'esters méthyliques issus de la transestérification de triglycérides végétaux). Les réactions de glycosylation de Fischer consistent alors à relier ces deux matières premières entre elles en créant une liaison chimique covalente, comme par exemple dans la réaction (II) entre le glucose et un alcool.



(II)

- [0006] Pour réaliser cette réaction de glycosylation, un catalyseur acide d'origine minérale ou organique est nécessaire et un excès d'alcools est systématiquement introduit jouant ainsi le rôle de réactif et de solvant. En fin de réaction, les APG se retrouvent dispersés ou solubilisés dans l'excès d'alcools qui n'a pas réagi.
- [0007] Les APG se distinguent par la nature, et la longueur de la chaîne alkyle hydrocarbonée R ainsi que par leur Degré de Polymérisation moyen DP supérieur à 1 mais inférieur ou égal à 2,5.
- [0008] A l'issue de la phase réactionnelle de glycolysation, une étape de neutralisation est opérée afin de désactiver le catalyseur et de stopper la réaction.
- [0009] Selon la longueur de la chaîne alkyle de l'alcool et l'utilisation associée, ledit alcool est soit éliminé, soit conservé.
- [0010] L'étape de neutralisation diffère selon la longueur de la chaîne alkyle hydrocarbonée. Dans le cas où celle-ci présente un nombre d'atomes de carbone inférieur à 12, la neutralisation est réalisée par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium. L'excès d'alcools gras présent en fin de glycosylation est ensuite éliminé par distillation sous vide poussé ou distillation moléculaire, ou par évaporation, généralement, à l'aide d'un évaporateur couche mince à film tombant, ou d'un évaporateur couche mince à court trajet, et le concentré d'APG recueilli est finalement solubilisé dans l'eau. Les produits commerciaux ainsi obtenus se présentent donc sous la forme de solutions aqueuses d'APG avec une concentration massique comprise entre 40 et 80%.
- [0011] Dans le cas où la chaîne alkyle hydrocarbonée R présente un nombre d'atome de carbone supérieur ou égale à 12, la neutralisation est généralement réalisée par l'hydroxyde de sodium ou par l'hydroxyde de potassium, seuls ou en combinaison avec un agent réducteur tel que décrit dans le Brevet Européen publié sous le numéro EP0077167, dans la demande de Brevet Européen publiée sous le numéro EP0338151 A1, dans le Brevet Européen EP0388857 B1, comme par exemple le borohydrure de sodium (NaBH_4) ou l'hypophosphite de sodium (NaH_2PO_2). Le mélange d'APG et de l'excès d'alcools gras est isolé après neutralisation et est commercialisé tel quel. La proportion massique des APG et des Alcools gras dépend de la stœchiométrie molaire retenue au départ pour les matières premières et de leur réactivité. Toutefois, des proportions de 5 à 30% massique d'APG et de 70 à 95% d'alcools gras sont généralement observées. Les compositions obtenues peuvent se présenter sous une forme solide, comme par exemple sous la forme d'écailles ou de perles, ou sous une forme liquide, en fonction de la nature de la chaîne alkyle hydrocarbonée R.
- [0012] Cependant, l'étape de neutralisation des APG dont la chaîne alkyle hydrocarbonée R comporte un nombre d'atome de carbone supérieur ou égale à 12) par une base de l'état de la technique (exemple NaOH, KOH), pour atteindre une valeur du pH d'une

dispersion à 5% massique dans l'eau du milieu neutralisé comprise entre 5,5 et 7,5, engendre une coloration importante du produit.

- [0013] Par "mesure du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau", on désigne au sens de la présente invention la méthode analytique de mesure de pH d'une dispersion d'une composition à base d'APG selon les dispositions de la norme NF EN 1262, ladite mesure est réalisée par mesure potentiométrique à l'aide d'une électrode pH (milieux aqueux) combinée et d'un pH mètre.
- [0014] Cette coloration peut altérer les qualités organoleptiques des produits finis dans lesquels les compositions contenant les APG sont introduites. C'est pour cela que des solutions sont apportées pour minimiser la coloration des compositions contenant les APG dont la chaîne alkyle hydrocarbonée R comporte un nombre d'atome de carbone supérieur ou égale à 12. Deux leviers connus de l'état de la technique sont classiquement employés pour obtenir de telles compositions à base APG dont la chaîne alkyle hydrocarbonée R comporte un nombre d'atome de carbone supérieur ou égale à 12 peu colorées (< 1,5 vcs).
- [0015] Par "composition peu colorée", on désigne au sens de la présente invention une composition dont l'indice de couleur Gardner, tel que défini par la norme DIN-ISO 4630, est inférieur ou égal à 1,5 VCS. L'indice de couleur Gardner est mesuré en utilisant un colorimètre LICO 200/Dr LANGE (ou équivalent) qui effectue des mesures par transmission de la lumière sur tout milieu. Un tel colorimètre fonctionne avec une lampe halogène correspondant à l'illuminant normalisé C, défini par la norme DIN 5033 et avec un observateur normalisé 2°. Pendant la mesure, un faisceau de rayonnement de référence compense les variations des valeurs enregistrées dues aux différences de lampe et de température.
- [0016] Le premier levier consiste à associer un agent réducteur à la base utilisée. Parmi ces agents réducteurs, nous pouvons citer le borohydrure de sodium (NaBH_4) ou de l'hypophosphite de sodium (NaH_2PO_2). Cette solution n'est pas entièrement satisfaisante. En effet, bien que très efficace pour minimiser la coloration de la composition traitée, le NaBH_4 est un agent réducteur dangereux à manipuler et à mettre en œuvre (produit corrosif, dégagement d'hydrogène). Le NaH_2PO_2 est quant à lui très peu efficace même s'il est introduit à forte concentration.
- [0017] Le second levier couramment utilisé et décrit dans l'état de la technique, pour minimiser la couleur des compositions à base d'APG, dont la chaîne alkyle hydrocarbonée R comporte un nombre d'atome de carbone supérieur ou égale à 12, est la réalisation d'une décoloration au peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) lors de l'étape de finition. Bien qu'efficace, cette étape est néanmoins fastidieuse car elle nécessite d'ajuster la valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau entre 7,0 et 7,5 tout en maintenant le pouvoir oxydant du milieu par ajouts de H_2O_2 . Cette étape

délicate à réaliser peut durer plusieurs heures et donc accroître significativement la durée de production, en diminuant la productivité.

- [0018] Le problème technique à résoudre est donc de trouver une alternative à la neutralisation des compositions à base d'APG émulsionnants dont la chaîne alkyle hydrocarbonée R comporte un nombre d'atome de carbone supérieur ou égale à 12. Cette alternative doit être efficace et facile à mettre en œuvre, tout en garantissant une couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs sans mettre en œuvre une étape de décoloration.
- [0019] Une solution de la présente invention est un procédé de préparation d'une composition (C), de couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0020] (i) une quantité supérieure ou égale à 40% massique et inférieure ou égale à 95% massique d'un alcool de formule (I) :
- [0021] R-OH (I), dans laquelle R représente un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, pouvant comporter au moins une fonction hydroxy, et comportant de douze à vingt-deux atomes de carbone, ou d'un mélange d'alcools de formule (I) ;
- [0022] (ii) une quantité supérieure ou égale à 5% massique et inférieure ou égale à 60% massique d'une composition (C1) représentée par la formule (II) :
- [0023] R-O-(G)_x-H (II), dans laquelle le reste G représente le reste d'un sucre réducteur, R représente un radical tel que défini dans la formule (I) et x, qui indique le degré moyen de polymérisation du reste G représente un nombre décimal supérieur à 1,05 et inférieur ou égal à 2,5, ou d'un mélange de compositions (C1) de formule (II) ;
- [0024] étant entendu que la somme des proportions massiques des composés dans la composition (C) de formules (I) et (II) est égale à 100% massique ;
- [0025] ledit procédé comprenant successivement :
- [0026] a. Une étape a) de glycosylation, consistant en une réaction entre au moins un alcool de formule (I) et au moins un sucre réducteur de formule (III) : H-O-(G)-H (III), en présence d'au moins un catalyseur acide (CA), à une température supérieure ou égale à 100°C et inférieure ou égale à 120°C,
- b. Une étape b) de neutralisation du milieu réactionnel issu de l'étape a) avec une solution aqueuse comprenant un agent basique (Ab),
- c. Une étape c) d'élimination du sucre de formule (III), qui n'a pas réagi à l'étape a), du milieu réactionnel neutralisé, et
- d. Une étape d) de récupération d'au moins une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs.
- [0027] L'indice de couleur caractérisant la composition (C) préparée selon le procédé objet de la présente invention, est l'indice de couleur Gardner, tel que défini par la norme DIN-ISO 463. L'indice de couleur Gardner est mesuré en utilisant un colorimètre LICO 200/Dr LANGE (ou équivalent) qui effectue des mesures par transmission de la

lumière sur tout milieu. Un tel colorimètre fonctionne avec une lampe halogène correspondant à l'illuminant normalisé C, défini par la norme DIN 5033 et avec un observateur normalisé 2°. Pendant la mesure, un faisceau de rayonnement de référence compense les variations des valeurs enregistrées dues aux différences de lampe et de température.

[0028] L'unité d'expression de l'indice de couleur Gardner, caractérisant la composition (C) préparée selon le procédé objet de la présente invention, est le VCS.

[0029] Selon le cas, le procédé selon l'invention peut présenter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

[0030] – ladite composition (C1) consiste en un mélange de composés représentés par les formules (II1), (II2), (II3), (II4) et (II5):

[0031] R-O-(G)1-H (II1),

[0032] R-O-(G)2-H (II2),

[0033] R-O-(G)3-H (II3),

[0034] R-O-(G)4-H (II4),

[0035] R-O-(G)5-H (II5),

[0036] dans les proportions molaires respectives a1, a2, a3, a4 et a5, telles que:

- [0037] • la somme: $a_1 + a_2 + a_3 + a_4 + a_5$ est égale à 1, et
 - la somme $a_1 + 2a_2 + 3a_3 + 4a_4 + 5a_5$ est égale à x.
- la composition (C) comprend une quantité inférieure ou égale à 2% massique du sucre réducteur de formule (III) :

[0038] H-O-(G)-H (III) ;

[0039] étant entendu que la somme des proportions massiques des composés de formules (I), (II) et (III) dans la composition (C) est égale à 100% massique.

[0040] – l'agent basique (Ab) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par :
– les carbonates de formule (IVa) :

[0041] $XnCO_3$ (IVa), dans laquelle X représente un atome de sodium ou de potassium et n est un nombre entier égal à 2, ou bien X représente un atome de calcium ou un atome de magnésium et n est un nombre entier égal à 1,

[0042] ou

[0043] • les hydrogénocarbonates de formule (IVb) :

[0044] $Y(HCO_3)_m$ (IVb), dans laquelle Y représente un atome de sodium ou de potassium et m est un nombre entier égal à 1, ou bien Y représente un atome de calcium ou un atome de magnésium et m est un nombre entier égal à 2

[0045] – l'agent basique (Ab) présent dans la solution aqueuse est le carbonate de sodium de formule (IVa) dans laquelle X représente l'atome de sodium et n est égal à 2

– l'étape b) est réalisée de manière à obtenir un milieu réactionnel dont une

- dispersion à 5% massique dudit milieu réactionnel dans l'eau présente une valeur de pH comprise entre 5,5 et 7,5,
- le procédé comprend après l'étape c) une étape d'ajustement complémentaire de la valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau du milieu réactionnel par ajout d'une solution aqueuse comprenant l'agent basique (Ab) tel que défini précédemment de manière à obtenir une valeur dudit pH comprise entre 5,5 et 7,5,
 - le sucre réducteur de formule (III) choisi pour la glycolysation de l'étape a) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par le glucose, le xylose, l'arabinose et le rhamnose ,
- [0046] – l'étape c) d'élimination du sucre réducteur de formule (III) est réalisée par filtration, centrifugation ou décantation, ou par toute autre technique de séparation solide-liquide connue par l'homme du métier ; Lorsque cette étape d'élimination du sucre réducteur de formule (III) non réagi met en oeuvre une filtration, le milieu filtrant peut être du papier filtre de taille de pores adaptée (supérieur ou égal à 10 micromètres), ou bien une plaque filtrante de cellulose en présence optionnelle d'au moins un adjuvant de filtration connu de l'homme du métier ;
- [0047] – A l'étape b) la solution aqueuse d'agent basique (Ab) comprend entre 10 % et 40 % massique dudit agent basique (Ab),
- l'étape a) comprend les sous-étapes successives suivantes :
- [0048] i. Introduction d'un alcool de formule (I) ou d'un mélange d'alcools de formule (I), dans un réacteur (Ré) équipé d'une agitation mécanique et d'un dispositif de mise sous vide ;
- ii. Chauffage de l'alcool de formule (I) à une température comprise entre 80°C et 90°C sous agitation mécanique;
- iii. Chargement du sucre réducteur de formule (II) dans le réacteur (Ré) ;
- iv. Introduction d'au moins un catalyseur acide dans le réacteur (Ré),
- v. Chauffage sous vide partiel du milieu réactionnel issu de la sous-étape iv) et présent dans le réacteur (Ré) à une température comprise entre 100°C et - 110°C pendant la durée de la réaction, et
- vi. Refroidissement du milieu issu de la sous-étape v) à une température comprise entre 70°C et 80°C.
- [0049] – dans la formule (I) et/ou dans la formule (II), le radical R est choisi parmi les radicaux suivants : lauryle (ou n-dodécyle) myristyle (ou n-tétradécyle), n-pentadécyle, cétyle (ou n-hexadécyle), n-heptadécyle, stéaryle (ou n-octadécyle), palmitoléyle (ou 9-hexadécényle), oléyle (ou 9-octadécényle), linoléyle (9,12-octadécadiényle), linolényle (ou 6,9,12-octadécatriényle) n-

- nonadécyle, arachidyle (ou n-eicosyle), béhényle (ou n-docosyle), érucyle (13-docosényle), ou 12-hydroxystéaryle ;
 - dans la formule (I) et/ou dans la formule (II), le radical R est choisi parmi les radicaux suivants : 2-hexyl octyle, 2-hexyl décyle, 2-hexyl dodécyle, 2-octyl décyle, 2-octyl dodécyle, 2-décyl tétradécyle, isostéaryle (ou 16-méthyl heptadécyle) ou isomyristyle (ou 13-méthyl tridécyle) ;
 - le catalyseur acide (CA) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par l'acide sulfurique, l'acide chlorhydrique, l'acide phosphorique, l'acide nitrique, l'acide hypophosphoreux, l'acide méthane-sulfonique, l'acide para-toluène sulfonique, l'acide trifluorométhane sulfonique et les résines échangeuses d'ions acides ;
 - pendant les sous-étapes ii) à iv) le réacteur (Ré) est inerté sous azote ;
 - Le procédé comprend entre les étapes ii) et iii) une étape de mise sous vide, de préférence à une pression inférieure ou égale à 50 millibars ;
 - L'étape vi) est réalisée à pression atmosphérique.
- [0050] L'emploi de carbonates de formule (IVa) ou d'hydrogénocarbonates de formule (IVb) ne contribue pas à augmenter la couleur de la composition (C) (la présence d'un agent réducteur n'étant pas alors nécessaire) tout en neutralisant au pH désiré d'une dispersion à 5% massique de la composition (C) (dont la valeur est comprise entre 5,5 et 7,5). L'utilisation d'un agent basique (Ab) permet d'éviter une étape de décoloration impliquant l'utilisation d'un agent peroxyde, ou autres, puisqu'elle permet d'atteindre une couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs.
- [0051] Par sucre réducteur, on désigne dans la définition de la formule (II) et dans la définition de la formule (III), les dérivés saccharidiques qui ne présentent pas dans leurs structures de liaison glycosidique établie entre un carbone anomérique et l'oxygène d'un groupement acétal tels qu'ils sont définis dans l'ouvrage de référence :
« Biochemistry », Daniel Voet/Judith G. Voet, p. 250, John Wiley & Sons, 1990.
- [0052] La structure oligomérique (G)_x présente dans la formule (II), peut se présenter sous toutes formes d'isoméries, qu'il s'agisse d'isométrie optique, d'isométrie géométrique ou d'isométrie de position ; elle peut aussi représenter un mélange d'isomères.
- [0053] Dans la formule (II) telle que définie ci-dessus, le radical R est lié à G par le carbone anomérique du reste saccharide, de manière à former une fonction acétal.
- [0054] Selon un aspect particulier de la présente invention, dans la définition des composés de formules (II) et de formule (III), G représente le reste d'un sucre réducteur choisi parmi le glucose, le dextrose, le saccharose, le fructose, l'idose, le gulose, le galactose, le maltose, l'isomaltose, le maltotriose, le lactose, le cellobiose, le mannose, le ribose, le xylose, l'arabinose, le lyxose, l'allose, l'altrose, le rhamnose, dextrane ou le tallose.
- [0055] Selon un aspect particulier de la présente invention, dans la définition des composés

de formule (II), G représente le reste d'un sucre réducteur choisi parmi les restes du glucose, du xylose, de l'arabinose ou du rhamnose, et x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,5.

[0056] Selon un aspect encore plus particulier de la présente invention, dans la définition des composés de formule (II), G représente le reste d'un sucre réducteur est choisi parmi les restes du glucose, du xylose, de l'arabinose ou du rhamnose, et x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, et encore plus particulièrement supérieur ou égal à 1,25 et inférieur ou égal à 2,0.

[0057] Selon un autre aspect particulier de la présente invention, le sucre réducteur de formule (III) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par le glucose, le dextrose, le saccharose, le fructose, l'idose, le gulose, le galactose, le maltose, l'isomaltose, le maltotriose, le lactose, le cellobiose, le mannose, le ribose, le xylose, l'arabinose, le lyxose, l'allose, l'altrose, le rhamnose, dextrane ou le tallose.

[0058] Selon un aspect plus particulier de la présente invention, le sucre réducteur de formule (III) est choisi parmi le glucose, le xylose, l'arabinose ou le rhamnose.

[0059] Le procédé selon l'invention consiste à neutraliser le milieu en fin de réaction de glycosylation par ajout d'une solution aqueuse comprenant un agent basique (Ab) pour atteindre une valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dudit milieu dans l'eau comprise entre 5,5 et 7,5. Le sucre réducteur de formule (III) résiduel est ensuite éliminé par filtration et, optionnellement, un nouvel ajout d'une solution aqueuse d'un agent basique (Ab) peut être réalisé si la valeur du pH de la dispersion à 5% massique dans l'eau de la composition (C) est inférieure à 5,5 (étape de finition).

[0060] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :

- [0061] – de 45% à 55% massique d'un mélange (M1) d'alcools de formule (I) comprenant pour 100% de la masse dudit mélange (M1), 50% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-hexadécyle et 50% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-octadécyle
- de 45% à 54% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-hexadécyle et le radical n-octadécyle
- de 0% à 1% massique de glucose.

[0062] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :

- [0063] – de 45% à 55% massique d'un mélange (M'1) d'alcools de formule (I) comprenant pour 100% de la masse dudit mélange (M'1), 70% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-hexadécyle et 30% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-octadécyle
- de 45% à 54% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-hexadécyle et le radical n-octadécyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0064] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0065] – de 75% à 90% massique d'un mélange (M''1) d'alcools de formule (I) comprenant pour 100% de la masse dudit mélange (M''1), 50% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-hexadécyle et 50% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-octadécyle
- de 10% à 24% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-hexadécyle et le radical n-octadécyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0066] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0067] – de 75% à 90% massique d'un mélange (M'''1) d'alcools de formule (I) comprenant pour 100% de la masse dudit mélange (M'''1), 70% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-hexadécyle et 30% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-octadécyle
- de 10% à 24% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-

- hexadécyle et le radical n-octadécyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0068] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0069] – de 75% à 90% massique d'un alcool de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-tétradécyle
- de 10% à 24% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-tétradécyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0070] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0071] – de 75% à 90% massique d'un mélange d'alcools de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-dodécyle, le radical n-tétradécyle, le radical n-hexadécyle et le radical n-octadécyle
- de 10% à 24% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-dodécyle, le radical n-tétradécyle, le radical n-hexadécyle, et le radical n-octadécyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0072] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0073] – de 75% à 90% massique d'un mélange d'alcools de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-eicosyl et le radical n-docosyle
- de 10% à 24% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-eicosyl et le radical n-docosyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0074] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition

- (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0075] – de 75% à 90% massique d'un mélange d'alcools de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-dodécyle, le radical n-tétradécyle, le radical n-hexadécyle, le radical n-eicosyl et le radical n-docosyle
- de 10% à 24% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical glucosyl ou α,β -D-glucopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-glucopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical n-dodécyle, le radical n-tétradécyle, le radical n-hexadécyle, le radical n-eicosyl et le radical n-docosyle
- de 0% à 1% massique de glucose.
- [0076] Selon un aspect particulier, le procédé a pour objet la préparation d'une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS, comprenant pour 100% de sa masse :
- [0077] – de 70% à 90% massique d'un mélange d'alcools de formule (I) dans laquelle R représente le radical n-dodécyle, le radical n-tétradécyle, le radical n-hexadécyle, le radical n-eicosyl et le radical n-docosyle
- de 10% à 29% massique d'au moins une composition (C1) représentée par la formule (II) dans laquelle G représente le radical xylosyl ou α,β -D-xylopyranosyl, obtenu à partir de la suppression du groupe hydroxyl hémiacétal du α,β -D-xylopyranose, x représente un nombre décimal supérieur ou égal à 1,05 et inférieur ou égal à 2,0, R représente le radical 2-octyl dodécyle
- de 0% à 1% massique de xylose.
- [0078] Selon un aspect particulier, l'agent basique (Ab) présent dans la solution aqueuse est le carbonate de potassium de formule (IVa) dans laquelle X représente l'atome de potassium et n est égal à 2.
- [0079] Selon un aspect particulier, l'agent basique (Ab) présent dans la solution aqueuse est l'hydrogénocarbonate de sodium de formule (IVb) dans laquelle Y représente un atome de sodium et m est égal à 1.
- [0080] Selon un aspect particulier, le catalyseur acide (CA) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par l'acide sulfurique, l'acide phosphorique, l'acide hypo-phosphoreux, l'acide méthane-sulfonique, l'acide p-toluène sulfonique.

Exemples

- [0081] A- Comparaison de l'effet de l'agent neutralisant sur la couleur d'une composition d'alcools gras et d'alkylpolyglucosides lorsque l'agent basique neutralisant utilisé est un carbonate selon l'invention ou la soude (agent neutralisant comparatif).
- [0082] Des comparaisons entre un carbonate et la soude comme agent neutralisant ont été ef-

fectuées. Pour ceci, des réactions de glycosylations ont été menées à partir de glucose cristallisé et de différents alcools gras sous forme de coupes ou purs : coupe cé-téarylique C-16/18, coupe arachydylique/béhénique C-20/22, et dodécanol-1 (alcool C-12).

[0083] Le tableau 1 suivant rassemble des résultats de neutralisation mettant en jeu le carbonate de sodium Na_2CO_3 (neutralisant du procédé selon l'invention), d'une part, et la soude NaOH , d'autre part (neutralisant du procédé comparatif).

[0084] 1. Exemples selon l'invention

[0085] Exemple 1.1 (Coupe d'alcools 16/18 et Na_2CO_3 comme agent neutralisant) selon l'invention

[0086] ETAPE 1 : Réaction de Glycosylation :

[0087] 967,4 g d'alcool cétearylique (C-16/18) sont chargés dans un réacteur équipé d'une agitation mécanique et d'un montage de distillation sous vide. L'alcool est fondu à 85°C et mis sous agitation et sous barbotage d'azote. Le milieu est mis sous vide à des pressions inférieures à 50 Torr. Une quantité de glucose anhydre sous forme de poudre est ajoutée de sorte à ce que le rapport molaire entre les alcools gras et le glucose soit de 6/1. Le milieu est inerté sous azote. Pour démarrer la réaction d'éthérification 0,9 g d'une solution aqueuse de H_3PO_2 à 50 % puis 1,1 g d'une solution aqueuse de H_2SO_4 à 98 % sont ajoutés et la température est augmentée et maintenue à 105°C . La réaction est poursuivie pendant une durée de 5h45.

[0088] ETAPE 2 : Neutralisation du milieu réactionnel :

[0089] Le milieu est ensuite refroidi à 80°C à pression atmosphérique puis neutralisé en introduisant 4,61 g d'une solution aqueuse de Na_2CO_3 à 25 %. Le produit est ensuite introduit dans un flacon en verre et placé à l'étuve à 80°C pendant 24 heures afin de décanter le glucose résiduel. Le produit (phase supérieure) est récupéré et référencé (Composition 1).

[0090] Analyses :

- [0091] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition 1 est de 5,5, et
- la mesure de la couleur de Composition 1 est de 0,7 VCS.

[0092] Exemple 1.2 (Coupe d'alcools 20/22 et Na_2CO_3 comme agent neutralisant)

[0093] ETAPE 1 : Réaction de Glycosylation :

[0094] 240,5 g d'un mélange d'alcool arachydylique (alcool C20) et d'alcool bényhylique/arachydylique (alcool C-220/22), dans un ratio massique alcool C20/alcool C22 de 70/30, sont chargés dans un réacteur équipé d'une agitation mécanique et d'un montage de distillation sous vide. Le mélange d'alcool est fondu à 85°C et mis sous agitation et sous barbotage d'azote. Le milieu est mis sous vide à des pressions inférieures à 50 Torr. 24,6 g de glucose dextrose anhydre sous forme de poudre sont

ajoutés. Le milieu est inerté sous azote. Pour démarrer la réaction d'éthérification 0,2 g d'une solution aqueuse de H_3PO_2 à 50 % puis 0,4 g d'une solution aqueuse de H_2SO_4 à 98 % sont ajoutés et la température est augmentée et maintenue à 105°C. La réaction est poursuivie pendant 4h30.

[0095] ETAPE 2 : Neutralisation du milieu réactionnel :

[0096] Le milieu est ensuite refroidi à 80°C à pression atmosphérique puis neutralisé en introduisant 3,3 g d'une solution aqueuse de Na_2CO_3 à 10 %. Le produit possède un pH de 5,6 et une couleur de 0,3 VCS. Le produit est ensuite introduit dans un flacon en verre et placé à l'étuve à 80°C pendant 24 heures afin de décanter le glucose dextrose résiduel. Le produit (phase supérieure) possède un pH de 4,8 et une couleur de 0,3 VCS. Une étape de finition est réalisée à 80°C en introduisant 0,19 g d'une solution aqueuse de Na_2CO_3 à 10 % pour obtenir un produit final (Composition 2).

[0097] Analyses :

- [0098] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition 2 est de 7,0, et
- la mesure de la couleur de la Composition 2 est de 0,6 VCS.

[0099] Exemple 1.3 (alcool C12 et Na_2CO_3 comme agent neutralisant)

[0100] Le mode opératoire de l'exemple 1.1 est reproduit en substituant les 967,4 g d'alcool cétearylique par 414,5 grammes de dodécanol-1, et en utilisant une quantité de glucose anhydre sous forme de poudre de sorte à ce que le rapport molaire entre le dodécanol-1 et le glucose soit de 6/1.

[0101] On obtient ainsi le produit référencé (Composition 3).

[0102] ETAPE 1 : Réaction de Glycosylation :

[0103] 131,3 g de dodécanol-1 (alcool C-12) sont chargés dans un réacteur équipé d'une agitation mécanique et d'un montage de distillation sous vide. L'alcool est placé à 85°C et mis sous agitation et sous barbotage d'azote. Le milieu est mis sous vide à 30 Torr. 18,3 g de glucose anhydre sous forme de poudre sont ajoutés. Le milieu est inerté sous azote. Pour démarrer la réaction d'éthérification 0,14 g d'une solution aqueuse de H_3PO_2 à 50 % puis 0,23 g d'une solution aqueuse de H_2SO_4 à 98 % sont ajoutés et la température est augmentée et maintenue à 105°C. La réaction est poursuivie pendant 5h00.

[0104] ETAPE 2 : Neutralisation du milieu réactionnel :

[0105] Le milieu est ensuite refroidi à 67°C à pression atmosphérique puis neutralisé en introduisant 0,29 g d'une solution aqueuse de NaOH à 25 % sous agitation. Le produit est filtré sur papier filtre (~ 10 µm) afin d'éliminer le glucose résiduel pour obtenir le produit référencé (Composition 3).

[0106] Analyses :

- [0107] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Com-

position 3 est de 6,1, et

- la mesure de la couleur de la Composition 3 est de 1,5 VCS.

[0108] Exemple 1.4 (Coupe d'alcools 16/18 et Na₂CO₃ comme agent neutralisant)

[0109] Le mode opératoire de l'exemple 1.1 est reproduit en substituant les 4,61 grammes d'une solution aqueuse de Na₂CO₃ à 25 % par la masse adaptée de ladite solution de Na₂CO₃ à 25 % de sorte à obtenir une valeur du pH de 7,4 pour une dispersion à 5% de la composition finale (Composition 4) ainsi obtenue.

[0110] Analyses :

- [0111] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition 4 est de 7,4, et
- la mesure de la couleur de la Composition 4 est de 1,0 VCS.

[0112] Exemple 1.5 (Coupe d'alcools 16/18 et Na₂CO₃ comme agent neutralisant)

[0113] Le mode opératoire de l'exemple 1.1 est reproduit en substituant les 4,61 grammes d'une solution aqueuse de Na₂CO₃ à 25 % par la masse adaptée de ladite solution de Na₂CO₃ à 25 % de sorte à obtenir une valeur du pH de 8,2 pour une dispersion à 5% de la composition finale (Composition 5) ainsi obtenue.

[0114] On obtient ainsi le produit référencé (Composition 5).

[0115] Analyses :

- [0116] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition 5 est de 8,2, et
- la mesure de la couleur de la Composition 5 est de 2,3 VCS.

[0117] 1. Exemples comparatifs

[0118] Exemple 2.1 (Coupe d'alcools 16/18 et NaOH comme agent neutralisant)

[0119] ETAPE 1 : Réaction de Glycosylation :

[0120] 240,9 g d'alcool cétylique (C-16/18) sont chargés dans un réacteur équipé d'une agitation mécanique et d'un montage de distillation sous vide. L'alcool est fondu à 85°C et mis sous agitation et sous barbotage d'azote. Le milieu est mis sous vide à des pressions inférieures à 50 Torr. 31,6 g de glucose anhydre sous forme de poudre sont ajoutés. Le milieu est inerté sous azote. Pour démarrer la réaction d'éthérification 0,22 g d'une solution aqueuse de H₃PO₂ à 50 % puis 0,28 g d'une solution aqueuse de H₂SO₄ à 98 % sont ajoutés et la température est augmentée et maintenue à 105°C. La réaction est poursuivie pendant 5h45.

[0121] ETAPE 2 : Neutralisation du milieu réactionnel :

[0122] Le milieu est ensuite refroidi à 72°C à pression atmosphérique puis neutralisé en introduisant 0,73 g d'une solution aqueuse de NaOH à 25 % sous agitation. Le produit est ensuite introduit dans un flacon en verre et placé à l'étuve à 80°C pendant 24 heures afin de décanter le glucose résiduel. Le produit (phase supérieure) est récupéré **(Composition Comparative 1).**

[0123] Analyses :

- [0124] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition Comparative 1 est de 6,1, et
- la mesure de la couleur de la Composition Comparative 1 est de 4,1 VCS.

[0125] Exemple 2.2 (Coupe d'alcools 20/22 et NaOH comme agent neutralisant)

[0126] Le mode opératoire de l'exemple 2.1 est reproduit en substituant les 240,9 g d'alcool céatéarylique par 59,9 grammes d'un mélange d'alcool arachydilique (C20) et d'alcool bényhylique (C22) dans un ratio massique (alcool C20/alcool C22) de 70/30, et en utilisant une quantité de glucose anhydre sous forme de poudre de sorte à ce que le rapport molaire entre les alcools gras et le glucose soit de 6/1.

[0127] On obtient ainsi le produit référencé (Composition Comparative 2)

[0128] Analyses :

- [0129] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition Comparative 2 est de 5,7, et
- la mesure de la couleur de la Composition Comparative 2 est de 6,3 VCS.

[0130] Exemple 2.3 (alcool C₁₂ et NaOH comme agent neutralisant)

[0131] ETAPE 1 : Réaction de Glycosylation :

[0132] 131,3 g de dodécanol-1 (C-12) sont chargés dans un réacteur équipé d'une agitation mécanique et d'un montage de distillation sous vide. Le dodécanol-1 est introduit à 85°C et mis sous agitation et sous barbotage d'azote. Le milieu est mis sous vide à 30 Torr. 18,3 g de glucose anhydre sous forme de poudre sont ajoutés. Le milieu est inerté sous azote. Pour démarrer la réaction d'éthérification 0,14 g d'une solution aqueuse de H₃PO₂ à 50 % puis 0,23 g d'une solution aqueuse de H₂SO₄ à 98 % sont ajoutés et la température est augmentée et maintenue à 105°C. La réaction est poursuivie pendant 5h00.

[0133] ETAPE 2 : Neutralisation du milieu réactionnel :

[0134] Le milieu est ensuite refroidi à 67°C à pression atmosphérique puis neutralisé en introduisant 0,29 g d'une solution aqueuse de NaOH à 25 % sous agitation. Le produit est filtré sur papier filtre (~ 10 µm) afin d'éliminer le glucose résiduel et d'obtenir le produit final référencé (Composition Comparative 3).

Analyses :

- [0135] – La valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau de la Composition Comparative 3 est de 6,0, et
- la mesure de la couleur de la Composition Comparative 3 est de 1,8 VCS.

[0136] [Tableaux1]

Référence	Composition comparative 1	Composition 1	Composition comparative 2	Composition 2	Composition comparative 3	Composition 3
Sucre APG	Glucose					
Chaîne alkyle APG	C-16/18		C-20/22		C-12	
Agent basique neutralisant	NaOH	Na ₂ CO ₃	NaOH	Na ₂ CO ₃	NaOH	Na ₂ CO ₃
pH 5%	6,1	5,5	5,7	7,0	6,0	6,1
Couleur (vcs)	4,1	0,7	6,3	0,6	1,8	1,5

[0137] Analyses et observations

[0138] Quelle que soit la longueur de chaîne grasse étudiée (de C-12 à C-22), l'utilisation d'une solution de NaOH comme agent basique neutralisant du milieu réactionnel, pour atteindre des valeurs de pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau supérieure ou égale à 5,5 dudit milieu réactionnel, colore fortement les compositions comprenant des alcools gras résiduels et les alkylpolyglucosides formés. En effet, la couleur mesurée pour ces essais oscille entre 1,8 et 6,3 vcs après filtration du sucre résiduel. En comparaison, lorsque l'étape de neutralisation est menée par une solution de Na₂CO₃ pour obtenir des valeurs de pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau supérieure ou égale à 5,5 dudit milieu réactionnel, on observe que les couleurs des compositions comprenant des alcools gras résiduels et les alkylpolyglucosides formés montrent des valeurs inférieures ou égales à 1,5 vcs.

[0139] B- Influence de la valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau d'une composition d'alcools gras et d'alkylpolyglucosides sur la couleur du produit final.

lorsque la phase de neutralisation est effectuée avec un carbonate

[0140] Trois essais expérimentaux ont été réalisés par la mise en œuvre du procédé général présenté précédemment. Ces trois essais (exemple 1.1, exemple 1.4 et exemple 1.5) décrivent la préparation de compositions comprenant l'alcool cétearylique et des alkyl-polyglucosides sur chaînes linéaires C16 et C18, lesdites compositions (Composition 1, Composition 4 et Composition 5) ayant été préparées par la mise en œuvre du procédé selon l'invention et se caractérisent par différentes valeurs de pH de la dispersion à 5% de chaque composition (*cf* tableau 2).

[0141] [Tableaux2]

Essai	(Composition 1)	Composition 4)	(Composition 5)
pH(5%)	6,4	7,4	8,2
Couleur (VCS)	0,7	1,0	2,3

[0142] Observations et analyses

[0143] Les résultats obtenus montrent que lorsque la valeur du pH d'une dispersion à 5% massique de la composition préparée, est comprise entre 5,5 et 7,5, le procédé selon l'invention permet d'atteindre une valeur de la couleur inférieure ou égale à 1,5 VCS. En revanche, lorsque la valeur du pH d'une dispersion à 5% massique de la composition préparée, est de 8,2, la couleur de la composition obtenue est supérieure à la couleur maximale souhaitée de 1,5 VCS.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de préparation d'une composition (C), de couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs, comprenant pour 100% de sa masse :

i) une quantité supérieure ou égale à 40% massique et inférieure ou égale à 95% massique d'un alcool de formule (I) :

R-OH (I), dans laquelle R représente un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, pouvant comporter au moins une fonction hydroxy, et comportant de douze à vingt-deux atomes de carbone, ou d'un mélange d'alcools de formule (I) ;

ii) une quantité supérieure ou égale à 5% massique et inférieure ou égale à 60% massique d'une composition (C1) représentée par la formule (II) :

R-O-(G)_x-H (II), dans laquelle le reste G représente le reste d'un sucre réducteur, R représente un radical tel que défini dans la formule (I) et x, qui indique le degré moyen de polymérisation du reste G représente un nombre décimal supérieur à 1,05 et inférieur ou égal à 2,5, ou d'un mélange de compositions (C1) de formule (II) ;

étant entendu que la somme des proportions massiques des composés de formules (I) et (II) dans la composition (C) est égale à 100% massique ; ledit procédé comprenant successivement :

- a. Une étape a) de glycosylation, consistant en une réaction entre au moins un alcool de formule (I) et au moins un sucre réducteur de formule (III) : H-O-(G)-H (III) , en présence d'au moins un catalyseur acide (CA), à une température supérieure ou égale à 100°C et inférieure ou égale à 120°C,
- b. Une étape b) de neutralisation du milieu réactionnel issu de l'étape a) avec une solution aqueuse comprenant un agent basique (Ab),
- c. Une étape c) d'élimination du sucre de formule (III), qui n'a pas réagi à l'étape a), du milieu réactionnel neutralisé, et
- d. Une étape d) de récupération d'au moins une composition (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs.

[Revendication 2]

Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite composition (C1) consiste en un mélange de composés représentés par les formules (II1), (II2), (II3), (II4) et (II5):

R-O-(G)1-H (II1),

R-O-(G)2-H (II2),

R-O-(G)3-H (II3),

R-O-(G)4-H (II4),

R-O-(G)5-H (II5),

dans les proportions molaires respectives a_1 , a_2 , a_3 , a_4 et a_5 , telles que:

- la somme: $a_1 + a_2 + a_3 + a_4 + a_5$ est égale à 1, et
- la somme $a_1 + 2a_2 + 3a_3 + 4a_4 + 5a_5$ est égale à x .

[Revendication 3]

Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la composition (C) comprend une quantité inférieure ou égale à 2% massique du sucre réducteur de formule (III) :

H-O-(G)-H (III) ;

étant entendu que la somme des proportions massiques des composés de formules (I), (II) et (III) dans la composition (C) est égale à 100% massique.

[Revendication 4]

Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent basique (Ab) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par :

- les carbonates de formule (IVa) :

X_nCO_3 (IVa), dans laquelle X représente un atome de sodium ou de potassium et n est un nombre entier égal à 2, ou bien X représente un atome de calcium ou un atome de magnésium et n est un nombre entier égal à 1,

ou

- les hydrogénocarbonates de formule (IVb) :

$Y(HCO_3)_m$ (IVb), dans laquelle Y représente un atome de sodium ou de potassium et m est un nombre entier égal à 1, ou bien Y représente un atome de calcium ou un atome de magnésium et m est un nombre entier égal à 2.

[Revendication 5]

Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'agent basique (Ab) présent dans la solution aqueuse est le carbonate de sodium de formule (IVa) dans laquelle X est l'atome de sodium et n est égal à 2.

[Revendication 6]

Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que

- l'étape b) est réalisée de manière à obtenir un milieu réactionnel dont une dispersion à 5% massique dudit milieu réactionnel dans l'eau présente une valeur de pH comprise entre 5,5 et 7,5.
- [Revendication 7] Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comprend après l'étape c) une étape d'ajustement complémentaire de la valeur du pH d'une dispersion à 5% massique dans l'eau du milieu réactionnel par ajout d'une solution aqueuse comprenant l'agent basique (Ab) tel que défini précédemment de manière à obtenir une valeur dudit pH comprise entre 5,5 et 7,5.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le sucre réducteur de formule (III) choisi pour la glycolysation de l'étape a) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par le glucose, le xylose, l'arabinose et le rhamnose .
- [Revendication 9] Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que l'étape c) d'élimination du sucre réducteur de formule (III) est réalisée par filtration, centrifugation ou décantation.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'à l'étape b) la solution aqueuse d'agent basique (Ab) comprend entre 10% et 40% massique dudit agent basique (Ab).
- [Revendication 11] Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'étape a) comprend les sous-étapes successives suivantes :
- i. Introduction d'un alcool de formule (I) ou d'un mélange d'alcools de formule (I), dans un réacteur (Ré) équipé d'une agitation mécanique et d'un dispositif de mise sous vide ;
 - ii. Chauffage de l'alcool de formule (I) à une température comprise entre 80°C et 90°C sous agitation mécanique;
 - iii. Chargement du sucre réducteur de formule (II) dans le réacteur (Ré) ;
 - iv. Introduction d'au moins un catalyseur acide dans le réacteur (Ré),
 - v. Chauffage sous vide partiel du milieu réactionnel issu de la sous-étape iv) et présent dans le réacteur (Ré) à une température comprise entre 100°C et 110°C pendant la durée de la réaction, et
 - vi. Refroidissement du milieu issu de la sous-étape v) à une température comprise entre 70°C et 80°C.

- [Revendication 12] Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que dans la formule (I) et/ou dans la formule (II), le radical R est choisi parmi les radicaux suivants : lauryle (ou n-dodécyle) myristyle (ou n-tétradécyle), n-pentadécyle, cétyle (ou n-hexadécyle), n-heptadécyle, stéaryle (ou n-octadécyle), palmitoléyle (ou 9-hexadécényle), oléyle (ou 9-octadécényle), linoléyle (9,12-octadecadiényle), linolényle (ou 6,9,12-octadécatriényle) n-nonadécyle, arachidyle (ou n-eicosyle), béhényle (ou n-docosyle), érucyle (13-docosényle), ou 12-hydroxystéaryle.
- [Revendication 13] Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que dans la formule (I) et/ou dans la formule (II), le radical R est choisi parmi les radicaux suivants : 2-hexyl octyle, 2-hexyl décyle, 2-hexyl dodécyle, 2-octyl décyle, 2-octyl dodécyle,, 2-décyl tétradécyle, isostéaryle (ou 16-méthyl heptadécyle) ou isomyristyle (ou 13-méthyl tridécyle).
- [Revendication 14] Procédé selon l'une des revendications 11 à 13, caractérisé en ce que le catalyseur acide (CA) est choisi parmi les éléments du groupe constitué par l'acide sulfurique, l'acide chlorhydrique, l'acide phosphorique, l'acide nitrique, l'acide hypophosphoreux, l'acide méthane-sulfonique, l'acide para- toluène sulfonique, l'acide trifluorométhane sulfonique et les résines échangeuses d'ions acides.
- [Revendication 15] Procédé selon l'une des revendications 11 à 14, caractérisé en ce que pendant les sous-étapes ii) à iv) le réacteur (Ré) est inerté sous azote.
- [Revendication 16] Procédé selon l'une des revendications 11 à 15, caractérisé en ce qu'il comprend entre les sous-étapes ii) et iii) une sous-étape de mise sous vide, de préférence à une pression inférieure ou égale à 50 millibars.
- [Revendication 17] Procédé selon l'une des revendications 11 à 16, caractérisé en ce que l'étape vi) est réalisée à pression atmosphérique.

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 899175
FR 2110842

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A, D	EP 0 077 167 A1 (ROHM & HAAS FRANCE [FR]) 20 avril 1983 (1983-04-20) * abrégé; revendications; exemples * * page 5, ligne 32 - page 6, ligne 6 * * page 7, lignes 25-27 * -----	4-17	C07H15/04
A, D	EP 0 338 151 A1 (HENKEL CORP [US]) 25 octobre 1989 (1989-10-25) * abrégé; revendications * -----	4-17	
A	EP 0 092 876 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]) 2 novembre 1983 (1983-11-02) * exemples * -----	4-17	
A	US 5 681 938 A (BOITEUX JEAN-PIERRE [FR] ET AL) 28 octobre 1997 (1997-10-28) * revendication 1 * * colonne 1, ligne 64 - colonne 2, ligne 27 * -----	4-17	
A	US 5 576 425 A (HILL KARLHEINZ DR [DE] ET AL) 19 novembre 1996 (1996-11-19) * abrégé * * exemples * * colonne 6, ligne 62 - colonne 7, ligne 12 * -----	4-17	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
A	WO 98/35975 A1 (EASTMAN CHEM CO [US]) 20 août 1998 (1998-08-20) * revendications 1, 2 * * page 4, lignes 14-19 * * page 7, lignes 23-28 * * Pages 21, 23, 25; tableaux I, II, III * -----	4-17	C07H
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
30 mai 2022		Gohlke, Pascale	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

**RECHERCHE INCOMPLÈTE
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE C**

Numéro de la demande

FA 899175
FR 2110842

Certaines revendications n'ont pas fait l'objet d'une recherche parce qu'elles se rapportent à des parties de la demande qui ne remplissent pas suffisamment les conditions prescrites pour qu'une recherche significative puisse être effectuée, en particulier:

Revendications susceptibles de faire l'objet de recherches complètes:
4, 5

Revendications ayant fait l'objet de recherches incomplètes:
6-17

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches:
1-3

Raison pour la limitation de la recherche:

Les présentes revendications 1-3 concernent un procédé de préparation d'une composition d'alkylpolyglycosides (C) de couleur inférieure ou égale à 1,5 vcs sans indication des caractéristiques techniques essentielles permettant d'obtenir ladite composition (C) ayant une telle couleur. Plus particulièrement, le catalyseur acide (CA) utilisé à l'étape a) et l'agent basique (Ab) utilisé à l'étape b) sont des définitions fonctionnelles qui ne permettent pas à l'homme du métier de conduire le procédé revendiqué afin d'obtenir avec succès la composition (C). Le procédé tel que formulé présentement dans les revendications 1-3 est en fait le procédé standard pour la préparation d'alkylpolyglycoside (APG) direct à partir d'alcool gras. La demande n'est donc pas conforme aux dispositions de fond au point qu'une recherche significative n'a pu être effectuée au regard de l'ensemble de l'objet des revendications. Cependant, le procédé selon les revendications dépendantes 4 et 5 dans lesquels l'agent basique (Ab) est un carbonate ou un hydrogénocarbonate de formula IVa ou IVb a l'effet souhaité - préparation de la composition (C) - (cf. description à la page 7, paragraphe [0050]) et est divulgué de façon spécifique, ainsi la recherche a été limitée audit procédé et aux procédés selon les revendications 6-17 dépendantes de ces revendications 4 et 5.

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2110842 FA 899175**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **30-05-2022**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0077167	A1	20-04-1983	AT 15498 T	15-09-1985
			CA 1227793 A	06-10-1987
			EP 0077167 A1	20-04-1983
			US 4923976 A	08-05-1990
			ZA 827345 B	28-12-1983

EP 0338151	A1	25-10-1989	EP 0338151 A1	25-10-1989
			ES 2056920 T3	16-10-1994
			US 4762918 A	09-08-1988
			US 4904774 A	27-02-1990

EP 0092876	A1	02-11-1983	CA 1194865 A	08-10-1985
			EP 0092876 A1	02-11-1983
			ES 8406408 A1	01-07-1984
			JP H0557280 B2	23-08-1993
			JP S58194902 A	14-11-1983
			US 4393203 A	12-07-1983

US 5681938	A	28-10-1997	AU 6211094 A	26-09-1994
			DE 69401746 T2	04-09-1997
			EP 0688328 A1	27-12-1995
			ES 2100704 T3	16-06-1997
			FR 2702482 A1	16-09-1994
			JP H08509702 A	15-10-1996
			US 5681938 A	28-10-1997
			WO 9420513 A1	15-09-1994

US 5576425	A	19-11-1996	AUCUN	

WO 9835975	A1	20-08-1998	CN 1252804 A	10-05-2000
			DE 69805061 T2	26-09-2002
			EP 0970097 A1	12-01-2000
			JP 2001515469 A	18-09-2001
			US 6077945 A	20-06-2000
			WO 9835975 A1	20-08-1998
