REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

CARTA PATENTE N.º PI 0415220-4

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0415220-4

(22) Data do Depósito : 06/10/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 14/04/2005

(51) Classificação Internacional : C07C 231/02; C07C 231/12; C07C 233/36

(30) Prioridade Unionista : 06/10/2003 JP 2003-347145

(54) Título : Processos de produção de amida carboxílica, betaína, sal de amônio quaternário e sal de amina

(73) Titular : LION AKZO CO., LTD, Sociedade Japonesa. Endereço: 3-3-71 Obata, Yokkaich--Shi, Mie 510-0875, Japão (JP).

(72) Inventor : TOSHIO YAJIMA. Endereço: A/C Lion Corporation 3-7, Honjo 1-Chome, Sumida-Ku Tokyo 130-0004, Japão. Cidadania: Japonesa.; AKIKO KAWASHIMA. Endereço: A/C Lion Corporation 3-7, Honjo 1-Chome, Sumida-Ku Tokyo 130-0001, Japão. Cidadania: Japonesa.

Prazo de Validade : 20 (vinte) anos contados a partir de 06/10/2004, observadas as condições legais.

Expedida em : 5 de Agosto de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSOS DE PRODUÇÃO DE AMIDA CARBOXÍLICA, BETAÍNA, SAL DE AMÔNIO QUATERNÁRIO E SAL DE AMINA".**

Campo Técnico

A presente invenção refere-se a um processo de produção para amida carboxílica e derivados da mesma (compostos de amida carboxílica), no qual uma estabilidade de tonalidade de cor após a passagem do tempo é boa, e um processo de produção para betaína, sais de amônio quaternário e derivados de sal de amina usando os compostos de amida carboxílica anteriormente mencionados.

Técnica Antecedente

Em geral, compostos de amida carboxílica são conhecidos como intermediários úteis para tensoativos catiônicos de sais de amônio quaternário e tensoativos anfotéricos do tipo betaína. Também, a amida carboxílica em si é usada para cremes para enxaguar cabelos, condicionadores para cabelos, e semelhantes, como um sal de amina.

As qualidades requeridas de tais amidas carboxílicas e derivados das mesmas, tais como sais de amônio quaternário, betaína e sais de amina, incluem uma boa tonalidade de cor e um bom odor.

Usualmente, os compostos de amida carboxílica anteriormente mencionados podem ser produzidos através da sujeição de ácidos graxos ou ésteres dos mesmos e diamina à desidratação e condensação. Em geral, essa reação de condensação se processa através da reação de ácidos graxos superiores ou ésteres dos mesmos com diamina, em uma temperatura de reação de 80 a 200℃, sob pressão atmosférica ou pressão reduzida. Usualmente, uma pequena quantidade de impurezas presentes nas matérias-primas é convertida em substâncias coloridas através do calor ou na presença de uma quantidade residual de ar, para causar uma degradação acentuada na cor e odor, e um grande efeito é exercido sobre a tonalidade de cor e o odor dos produtos e a tonalidade de cor e odor dos produtos acabados.

Em geral, amida carboxílica tendo um grupo alquila de cadeia longa tem um elevado ponto de fusão e é sólida em temperatura ambiente e,

portanto, ela é armazenada em um estado líquido sob aquecimento ou é armazenada na forma de uma matéria sólida e tem de ser fundida através de aquecimento antes de produção de derivados, tais como sais de amônio quaternário e betaína.

Contudo, a amida carboxílica causa uma deterioração na tonalidade da cor ao ser submetida ao processo térmico, resultado que vem a exercer um efeito adverso sobre as qualidades dos produtos tais como sais de amônio quaternário e betaína.

Um aperfeiçoamento na tonalidade de cor através da adição (10 a 1000 ppm), por exemplo, de compostos de metal do grupo VIII, tal como borohidreto de sódio ($NaBH_4$), tem sido até o momento conhecido como um método para melhorar a tonalidade de cor da amida carboxílica e derivados da mesma (ver, por exemplo, os documentos de patente 1 e 2).

Contudo, nos métodos descritos nesses documentos, a tonalidade de cor não é suficientemente aperfeiçoada pelo valor-limite mínimo (10 ppm) prescrito nas reivindicações e, quando a quantidade adicionada é aumentada para 100 ppm ou mais, os compostos não são dissolvidos na amida carboxílica, para gerar precipitados. Ainda, quando os compostos são adicionados em uma quantidade de 1000 ppm e os produtos são armazenados sob aquecimento, o problema do material de base ser decomposto permanece.

Também, o borohidreto de sódio é uma substância proibitiva em água e tem o problema de que é difícil de manipular em termos de segurança, uma vez que ele gera hidrogênio no tratamento.

Documento de Patente 1: Pedido de Patente Japonesa Depositado em Aberto Nº 253446/1996 (reivindicações, página 3 a página 4, e similares).

Documento de Patente 2: Pedido de Patente Japonesa Depositado em Aberto Nº 235260/1997 (reivindicações, página 3, exemplos, e similares).

Descrição da Invenção

À luz dos problemas das técnicas convencionais descritas aci-

ma, a presente invenção pretende resolver o problema e um objetivo da mesma é proporcionar um processo para a produção de amida carboxílica e derivados da mesma em uma tonalidade de cor e odor que são bons, através da reação de ácido graxo ou um éster do mesmo com diamina e um processo para a produção de betaína, sais de amônio quaternário e sais de amina, nos quais a tonalidade de cor e odor são bons, através do uso dos compostos de amida carboxílica acima.

De forma a resolver os problemas convencionais descritos acima, os presentes inventores investigaram intensivamente um processo para a produção eficaz de amida carboxílica, um sal de amônio quaternário e betaína, no qual a tonalidade de cor e odor são bons e o qual tem uma elevada qualidade, através de simples operação e, como um resultado do mesmo, eles descobriram que um composto de amida carboxílica, o qual reúne os objetivos descritos acima e nos quais a tonalidade de cor e odor são bons, pode ser produzido realizando-se a reação sob a presença de um composto específico na reação de ácido graxo ou um éster do mesmo com diamina e que sais de amônio quaternário, betaína e sais de amina, nos quais a tonalidade de cor e odor são muito bons, podem ser produzidos através da reação do composto de amina carboxílica acima com um agente de quaternização, tal como haleto de alquila, ácido monohaloalquilcarboxílico ou um sal do mesmo, ou ácido orgânico e/ou ácido inorgânico. Assim, eles completaram a presente invenção.

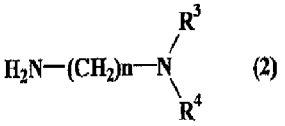
Isto é, a presente invenção compreende os itens (1) a (6) a seguir.

(1) Um processo de produção para amida carboxílica e derivados da mesma, caracterizado pela reação do ácido graxo superior ou um éster do mesmo representado pela Fórmula (1) a seguir com diamina representada pela Fórmula (2) a seguir, sob a presença de 0,001 a 0,1% em massa de um composto de ácido fosfônico orgânico, baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo descrito acima:

$$R^1\text{-}COOR^2 \qquad (1)$$

na Fórmula (1) descrita acima, R^1 representa um grupo alquila linear ou ra-

mificado, um grupo alquenila ou um grupo hidroxialquila tendo de 5 a 23 átomos de carbono e R^2 representa um átomo de hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado tendo de 1 a 4 átomos de carbono ou um resíduo obtido através da remoção de um grupo aciloxi de glicerídeo;



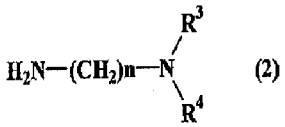
(2)

na Fórmula (2) descrita acima, R^3 e R^4 representam um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono e podem ser os mesmos ou diferentes, e n representa um número de 2 a 4.

(2) Um processo de produção para amida carboxílica e derivados da mesma, caracterizado pela reação do ácido graxo superior ou um éster do mesmo representado pela Fórmula (1) a seguir com diamina representada pela Fórmula (2) a seguir, ou remoção de diamina em excesso após a reação e, em seguida, adição de 0,001 a 0,1% em massa de um composto de ácido fosfônico orgânico, baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo descrito acima:

$$R^1\text{-}COOR^2 \qquad (1)$$

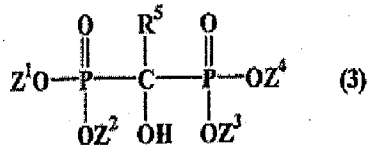
na Fórmula (1) descrita acima, R^1 representa um grupo alquila linear ou ramificado, um grupo alquenila ou um grupo hidroxialquila tendo de 5 a 23 átomos de carbono e R^2 representa um átomo de hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado tendo de 1 a 4 átomos de carbono ou um resíduo obtido através da remoção de um grupo aciloxi de glicerídeo;



(2)

na Fórmula (2) descrita acima, R^3 e R^4 representam um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono e podem ser os mesmos ou diferentes, e n representa um número de 2 a 4.

(3) Um processo de produção para amida carboxílica e derivados da mesma conforme descrito no item (1) ou (2) acima, em que o composto de ácido fosfônico orgânico é ácido difosfônico ou um sal do mesmo tendo uma estrutura representa pela fórmula (3) a seguir:



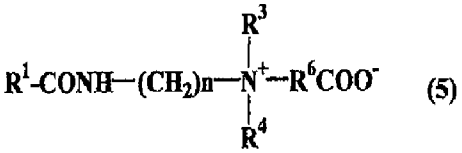
(3)

na Fórmula (3) descrita acima, R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo alquila inferior tendo de 1 a 3 átomos de carbono e Z^1, Z^2, Z^3 e Z^4 representam, cada um independentemente, um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino.

(4) Um processo de produção para betaína, caracterizado pela produção de betaína representada pela Fórmula (5) a seguir, através da reação do composto de amida carboxílica obtida por meio do processo de produção conforme descrito nos itens (1) a (3) com ácido monohaloalquilcarboxílico ou um sal do mesmo, representado pela fórmula (4) a seguir:

$$YR^6\text{-}COOZ^5 \qquad (4)$$

na Fórmula (4) descrita acima, Y representa um átomo de halogênio; R^6 representa um grupo alquileno linear ou ramificado tendo de 1 a 3 átomos de carbono; e Z^5 representa um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino;



(5)

na Fórmula (5) descrita acima, R^1, R^3, R^4, R^6 e n são os mesmos conforme descrito acima.

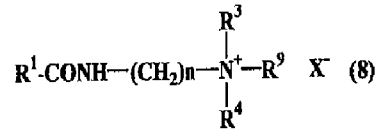
(5) Um processo de produção para um sal de amônio quaternário, caracterizado pela produção de um sal de amônio quaternário representado pela Fórmula (8) a seguir, através da reação do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção conforme descrito nos itens (1) a (3) acima com alquila halogenada representada pela Fórmula (6) a seguir, ou sulfato de dialquila representado pela Fórmula (7) a seguir:

$$YR^7 \qquad (6)$$

na Fórmula (6) descrita acima, Y representa um átomo de halogênio e R^7 representa um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono;

$$R^8R^8SO_4 \qquad (7)$$

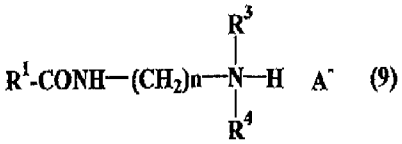
na Fórmula (7) descrita acima, R^8 representa um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono.



$$R^1\text{-}CONH-(CH_2)n-\overset{\overset{R^3}{|}}{\underset{\underset{R^4}{|}}{N^+}}-R^9 \quad X^- \quad (8)$$

na Fórmula (8) descrita acima, R^1, R^3, R^4 e n representam os mesmos significados conforme descrito acima; R^9 representa R^7 ou R^3; e X representa Y ou R^8SO_4.

(6) Um processo de produção para um sal de amina, caracterizado pela produção de um sal de amina representado pela fórmula (9) a seguir, através da neutralização do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção conforme descrito nos itens (1) a (3) acima com pelo menos um agente de neutralização selecionado de ácidos orgânicos, ácidos inorgânicos e aminoácidos ácidos:



$$R^1\text{-}CONH-(CH_2)n-\overset{\overset{R^3}{|}}{\underset{\underset{R^4}{|}}{N}}-H \quad A^- \quad (9)$$

na Fórmula (9) descrita acima, R^1, R^3, R^4 e n representam os mesmos significados conforme descrito acima e A representa um ácido orgânico, ácido inorgânico ou aminoácido ácido.

Na presente invenção, é proporcionado um processo de produção para amida carboxílica e derivados da mesma, nos quais a tonalidade de cor e odor são bons e os quais são excelentes quanto à estabilidade ao armazenamento a longo prazo. Adicionalmente, betaína, sais de amônio quaternário e sais de amina, os quais são produzidos usando a amida carboxílica acima, são excelentes também quanto à tonalidade de cor e odor e eles são muito úteis como materiais de base cosmética para xampus, cremes para enxaguar cabelos e similares.

Melhor Modo para Realização da Invenção

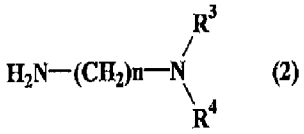
A modalidade da presente invenção será explicada abaixo em detalhes, através da invenção.

O processo de produção da amida carboxílica e derivados da mesma de acordo com a presente invenção (aqui depois referido como "o

primeiro aspecto da presente invenção") é caracterizado pela reação de um ácido graxo superior ou um éster do mesmo representado pela Fórmula (1) a seguir com diamina representada pela Fórmula (2) a seguir, sob a presença de 0,001 a 0,1% em massa de um composto de ácido fosfônico orgânico, baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo descrito acima, ou adição de 0,001 a 0,1% em massa do composto de ácido fosfônico orgânico, baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo descrito acima após reação do ácido graxo ou éster do mesmo representado pela Fórmula (1) a seguir com a diamina representada pela Fórmula (2) a seguir, ou após remoção do excesso da diamina após a reação:

$$R^1\text{-}COOR^2 \qquad (1)$$

na Fórmula (1) descrita acima, R^1 representa um grupo alquila linear ou ramificado, um grupo alquenila ou um grupo hidroxialquila tendo de 5 a 23 átomos de carbono e R^2 representa um átomo de hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado tendo de 1 a 4 átomos de carbono, ou um resíduo obtido através da remoção de um grupo aciloxi de glicerídeo;



(2)

na Fórmula (2) descrita acima, R^3 e R^4 representam um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono e podem ser os mesmos ou diferentes, e n representa um número de 2 a 4.

A amida carboxílica e os derivados da mesma usados no primeiro aspecto da presente invenção não serão especificamente limitados, na medida em que eles sejam representados pela Fórmula (1). Para ser específico, eles incluem ácidos graxos de óleo vegetal ou óleo animal, tais como ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido behênico, ácido erúcico, ácido 12-hidróxi-esteárico, ácido graxo de óleo de coco, ácido graxo de sebo de carne, ácido graxo de óleo de babaçu, ácido graxo de óleo de semente de palma, ácido graxo de óleo de soja, ácido graxo de óleo de semente de linhaça, ácido

graxo de óleo de mamona, ácido graxo de óleo de oliva e ácido graxo de óleo de baleia, ou metil ésteres, etil ésteres e glicerídeos dos mesmos e misturas dos mesmos. Eles podem ser usados sozinhos (um tipo) ou em mistura de dois ou mais tipos dos mesmos.

Dentre esses, ácidos graxos superiores ou alquil ésteres inferiores dos mesmos, nos quais R^2 é um átomo de hidrogênio ou um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono, são preferidos do ponto de vista de uma excelente propriedade de manipulação, e aqueles nos quais R^1 é um grupo alquila linear tendo de 9 a 21 átomos de carbono e nos quais R^2 é um átomo de hidrogênio ou metila, são particularmente preferidos.

A diamina usada no primeiro aspecto da presente invenção não estará especificamente limitada, na medida em que ela seja representada pela Fórmula (2) descrita acima. Para ser específico, ela inclui dimetilaminopropilamina, dimetilaminoetilamina, dietilaminopropilamina, dietilaminoetilamina, dibutilaminopropilamina, dibutilaminoetilamina, dipropilaminopropilamina e dipropilaminoetilamina. Elas podem ser usadas sozinhas (um tipo) ou em uma mistura de dois ou mais tipos das mesmas.

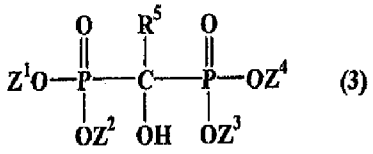
Dentre as mesmas, dimetilaminopropilamina e dietilaminoetilamina são preferidas do ponto de vista de facilidade de obtenção de matérias-primas.

No primeiro aspecto da presente invenção, o composto de ácido fosfônico orgânico é adicionado na reação do ácido graxo superior ou o éster do mesmo representado pela Fórmula (1) com a diamina representada pela Fórmula (2), ou após a reação ou após remoção da diamina em excesso após a reação.

A amida carboxílica e os derivados da mesma (compostos de amida carboxílica), nos quais a tonalidade de cor e odor são bons e os quais são excelentes quanto à estabilidade ao armazenamento a longo prazo, podem ser obtidos através de uso do composto de ácido fosfônico orgânico acima.

O composto de ácido fosfônico orgânico, o qual pode ser usado, não estará especificamente limitado e ácido difosfônico ou um sal do mesmo

tendo uma estrutura representada pela Fórmula (3) a seguir é, de preferência, usado, uma vez que ele não gera gás, tal como hidrogênio, quando do tratamento, sendo fácil de manipular do ponto de vista industrial:



(3)

na Fórmula (3) descrita acima, R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo alquila inferior tendo de 1 a 3 átomos de carbono e Z^1, Z^2, Z^3 e Z^4 representam, cada um independentemente, um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino.

O ácido difosfônico ou o sal do mesmo representado pela Fórmula (3) inclui, para ser específico, ácido hidroxietanodifosfônico, ácido hidroxipropanodifosfônico, ácido hidroxibutanodifosfônico e sais dos mesmos. Ácido hidroxietanodifosfônico ou sais do mesmo são mais preferidos do ponto de vista de que eles são solúveis em água e excelentes quanto à propriedade de manipulação.

Com relação ao momento no qual os compostos de ácido fosfônico orgânico acima são adicionados, eles podem ser adicionados antes de reação de amidação do composto de amida carboxílica ou podem ser adicionados após a reação de amidação, ou após remoção da diamina em excesso após a reação de amidação. Um método no qual eles são adicionados antes da reação de amidação é preferido do ponto de vista de um efeito de inibição de deterioração da tonalidade de cor.

Uma quantidade de uso do composto de ácido fosfônico orgânico acima (ácidos fosfônicos orgânicos e/ou sais dos mesmos) é 0,001 a 0,1% em massa (aqui depois "% em massa" deverá ser referida como simplesmente "%"), de preferência 0,003 a 0,1% e mais preferivelmente 0,005 a 0,01%, baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou do éster do mesmo (derivado de ácido graxo), cada um descrito acima.

Se uma quantidade de uso do composto de ácido fosfônico orgânico acima é menor do que 0,001%, o composto de amida carboxílica e os derivados do mesmo, nos quais a estabilidade na tonalidade de cor e o odor

são satisfatórios, não podem ser obtidos. Por outro lado, se essa quantidade é adicionada acima de 1,0%, o composto de amida carboxílica e os derivados do mesmo, nos quais a tonalidade de cor e o odor são bons, são obtidos, mas o composto de ácido fosfônico orgânico está presente em excesso na composição e, portanto, é desvantajoso em termos de custo e poderia causar precipitação.

No primeiro aspecto da presente invenção, uma temperatura de reação do ácido graxo superior ou do éster do mesmo descrito acima com a diamina descrita acima cai em uma faixa de 80 a 220°C, de preferência 90 a 200°C, e o tempo de reação é de 3 a 20 horas, de preferência 5 a 10 horas.

Uma proporção molar da diamina para o ácido graxo superior ou o éster do mesmo descrito acima é usualmente 1,0 para 2,0, de preferência 1,05 para 1,5.

Quando o éster de ácido graxo é usado, o tempo de reação pode ser reduzido realizando-se a reação na presença de um catalisador alcalino, tal como metóxido de sódio. Após a reação, a diamina não reagida é, de preferência, destilada sob pressão reduzida ou através de sopro de nitrogênio.

Adicionalmente, o composto de amida carboxílica pode ser armazenado em temperatura ambiente na forma de uma matéria sólida, ou pode ser armazenado na forma de um líquido sob aquecimento. Nesse caso, vedação com nitrogênio é preferida do ponto de vista de exibição de estabilidade ao armazenamento adicional. Capaz de ser proporcionado como vedação com nitrogênio (incluindo exemplos descritos abaixo) são, por exemplo, permitir que o nitrogênio flua para um espaço superior de um vaso de armazenamento, borbulhamento de nitrogênio no caso de um líquido e assentamento da contrapressão para a pressão atmosférica através de nitrogênio após redução da pressão.

No primeiro aspecto da presente invenção, a amida carboxílica e os derivados da mesma, nos quais a tonalidade de cor e odor são bons e os quais são excelentes quanto à estabilidade ao armazenamento a longo prazo, são obtidos através da reação do ácido graxo superior ou do éster do

mesmo representado pela Fórmula (1) descrita acima com a diamina representada pela Fórmula (2) descrita acima, sob a presença de 0,001 a 0,1% em massa de um composto de ácido fosfônico orgânico baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo descrito acima ou adição de 0,001 a 0,1% em massa do composto de ácido fosfônico baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo após a reação do ácido graxo superior ou éster do mesmo representado pela Fórmula (1) acima descrita com a diamina representada pela Fórmula (2) acima descrita ou após remoção da diamina em excesso após a reação.

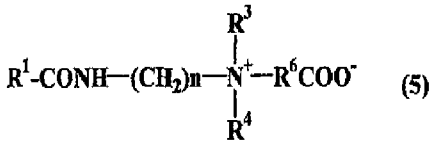
Os exemplos específicos de composto de amida carboxílica obtidos no primeiro aspecto da presente invenção incluem dimetilaminopropilamida decanóica, dimetilaminopropilamida láurica, dimetilaminopropilamida mirística, dimetilaminopropilamida palmítica, dimetilaminopropilamida esteárica, dimetilaminopropilamida de ácido graxo de óleo de coco, dimetilaminopropilamida de sebo endurecido, dietilaminoetilamida esteárica, dietilaminoetilamida isoesteárica, dietilaminoetilamida oléica, dietilaminopropilamida esteárica, dibutilaminoetilamida esteárica, dibutilaminopropilamida esteárica, dipropilaminopropilamida esteárica, dipropilaminoetilamida esteárica, dimetilaminoetilamida esteárica, dietilaminoetilamida palmítica, dietilaminopropilamida palmítica, dimetilaminoetilamida palmítica, dietilaminoetilamida behênica, dietilaminopropilamida beênica e dimetilaminopropilamida behênica.

Em seguida, no processo de produção de betaína de acordo com a presente invenção (aqui depois referido como "o segundo aspecto da presente invenção"), a betaína representada pela Fórmula (5) a seguir, na qual a tonalidade de cor é acentuadamente boa, pode ser obtida através da reação do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção descrito acima (o primeiro aspecto da presente invenção) com ácido monohaloalquilcarboxílico ou um sal do mesmo, representado pela Fórmula (4) a seguir:

$$YR^6\text{-}COOZ^5 \qquad (4)$$

na Fórmula (4) descrita acima, Y representa um átomo de halogênio; R^6 representa um grupo alquileno linear ou ramificado tendo de 1 a 3 átomos de

carbono; e Z^5 representa um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino;



(5)

na Fórmula (5) descrita acima, R^1, R^3, R^4, R^6 e n são os mesmos conforme descrito acima.

No segundo aspecto da presente invenção, o composto de amida carboxílica pode ser reagido com o ácido monohaloalquilcarboxílico ou o sal do mesmo descrito acima, através de um método o qual tem sido, até o momento, publicamente conhecido. Por exemplo, o composto de amida carboxílica é, de preferência, reagido com o ácido monohaloalquilcarboxílico ou o sal do mesmo descrito acima, através da manutenção do pH em 8 a 10 até que a conversão de betaína tenha terminado e, então, manutenção do pH em uma faixa de 11,5 a 13, de forma a acelerar a hidrólise do sal de ácido monohaloalquilcarboxílico restante. A temperatura de reação cai, mais preferivelmente em uma faixa de 50 a 100°C. A reação pode ser realizada em pressão normal ou sob pressão aplicada.

O ácido monohaloalquilcarboxílico ou o sal do mesmo descrito acima, o qual pode ser usado, inclui, por exemplo, ácido monocloroacético, ácido monobromoacético, ácido monocloropropiônico, ácido monobromopropiônico ou sais de sódio e sais de potássio dos mesmos, e ácido monocloroacético ou sais do mesmo são particularmente preferidos do ponto de vista de facilidade de obtenção das matérias-primas e propriedade de manipulação.

Uma quantidade do ácido monohaloalquilcarboxílico ou do sal do mesmo baseado no composto de amida carboxílico é, de preferência, uma proporção molar de 1 para 3, mais preferivelmente uma proporção molar de 1 para 1,15.

Se uma proporção molar do ácido monohaloalquilcarboxílico acima ou do sal do mesmo é menor do que 1, o composto de amida carboxílica não reagido permanece. Por outro lado, se ela está acima de 1,15, uma

quantidade excessiva do ácido monohaloalquilcarboxílico ou do sal do mesmo, ou dos produtos da decomposição do mesmo, ainda permanece. Conseqüentemente, ambos não são preferidos.

No segundo aspecto da presente invenção, o composto de ácido fosfônico orgânico ou o sal do mesmo representado pela Fórmula (3) descrita acima é deixado estar presente, de preferência, em uma faixa da quantidade de adição descrita acima na reação do composto de amida carboxílica com o ácido monohaloalquilcarboxílico ou sal do mesmo representado pela Fórmula (4) descrita acima. A betaína, na qual a tonalidade de cor é ainda melhor, pode ser obtida deixando o composto de ácido fosfônico orgânico ou o sal do mesmo estar presente.

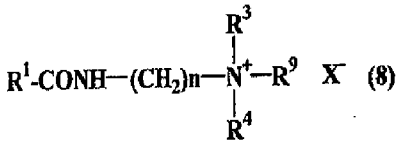
No processo de produção para um sal de amônio quaternário de acordo com a presente invenção (aqui depois referido como "o terceiro aspecto da presente invenção"), um sal de amônio quaternário representado pela Fórmula (8) a seguir, no qual a tonalidade é acentuadamente boa, é obtido através da reação do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção descrito acima com haleto de alquila representado pela Fórmula (6) a seguir, ou sulfato de dialquila representado pela Fórmula (7) a seguir:

$$YR^7 \qquad (6)$$

na Fórmula (6) descrita acima, Y representa um átomo de halogênio; e R^7 representa um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono;

$$R^8R^8SO_4 \qquad (7)$$

na Fórmula (7) descrita acima, R^8 representa um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono.



$$R^1\text{-}CONH\text{—}(CH_2)n\text{—}N^+(R^3)(R^4)\text{—}R^9 \quad X^- \quad (8)$$

na Fórmula (8) descrita acima, R^1, R^3, R^4 e n representam os mesmos significados conforme descrito acima; R^9 representa R^7 ou R^8; e X representa Y ou R^8SO_4.

No terceiro aspecto da presente invenção, a reação de quaterni-

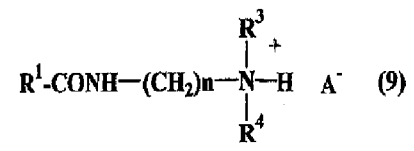
zação do composto de amida carboxílica descrito acima com o agente de quaternização representado pela Fórmula (6) ou a Fórmula (7), cada um descrito acima, por exemplo, haleto de alquila inferior, tal como cloreto de metila, e sulfato de dimetila, tal como sulfato de dimetila, pode ser realizada através de um processo publicamente conhecido.

Uma quantidade dos agentes de quaternização acima é, de preferência, 0,95 a 1,5 equivalente, mais preferivelmente 0,98 a 1,3 equivalente, baseada no composto de amida carboxílica. Se uma quantidade dos agentes de quaternização acima é menor do que 0,95 equivalente, o tempo de reação é prolongado e uma deterioração na tonalidade de cor e odor causados pelo tratamento térmico é possível de ocorrer. Por outro lado, se ela excede a 1,5 equivalente, o agente de quaternização em excesso acelera a deterioração na tonalidade de cor e odor e o sal de amônio quaternário tendo uma elevada qualidade é menos provável de ser obtido.

Adicionalmente, isso é desvantajoso em termos de custos.

Uma temperatura da reação de quaternização é maior do que o ponto de fusão da amida carboxílica, ou uma mistura da amida carboxílica e o solvente de reação, e essa é, de preferência, 65 a 120°C, mais preferivelmente 70 a 100°C e ainda de preferência 80 a 90°C, em termos da qualidade.

Adicionalmente, no processo de produção de um sal de amina de acordo com a presente invenção (aqui depois referido como "o quarto aspecto da presente invenção"), um sal de amina representado pela Fórmula (9) a seguir, no qual a tonalidade de cor é boa, pode ser obtido através da neutralização do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção descrito acima com pelo menos um agente de neutralização selecionado de ácidos orgânicos, ácidos inorgânicos e aminoácidos ácidos:



$$R^1\text{-}CONH\text{—}(CH_2)n\text{—}\overset{\overset{R^3}{|}}{\underset{\underset{R^4}{|}}{N}}\text{—}H \quad A^- \qquad (9)$$

na Fórmula (9) descrita acima, R^1, R^3, R^4 e n representam os mesmos significados conforme descrito acima e A representa um ácido orgânico, ácido

inorgânico ou aminoácido ácido.

O agente de neutralização que pode ser usado inclui pelo menos um selecionado de ácidos orgânicos, ácidos inorgânicos e aminoácidos ácidos e ele inclui, para ser específico, ácido láctico, ácido glicólico, ácido cítrico, ácido succínico, ácido málico, ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido glutâmico e ácido aspártico. Dentre os mesmos, ácido láctico e ácido succínico são particularmente adequados para uso do ponto de vista de que eles não são corrosivos e são usados como matérias-primas para cosméticos. Os agentes de neutralização acima podem, opcionalmente, ser usados sozinhos ou em combinação de dois ou mais tipos dos mesmos.

Uma quantidade do agente de neutralização na presente invenção é 0,5 a 1,5 equivalente, de preferência 0,6 a 1,4 equivalente, baseado no composto de amida carboxílica. Se uma quantidade do agente de neutralização acima é menor do que 0,5 equivalente, a reação de neutralização é incompleta. Por outro lado, se ela excede a 1,4 equivalente, o agente de neutralização em excesso permanece. Conseqüentemente, ambos não são preferidos.

No quarto aspecto da presente invenção, o composto de amida carboxílica pode ser neutralizado através de um método o qual tem sido, até o momento, publicamente conhecido. Por exemplo, o composto de amida carboxílica é misturado com o agente de neutralização dissolvido em água e, então, a água é destilada, pelo que o sal de amina é obtido. Também, o sal de amina é obtido também através de dissolução ou dispersão do composto de amida carboxílica em água aquecida e, então, neutralização do mesmo através da adição do agente de neutralização.

Adicionalmente, um solvente, tal como etanol e 2-propanol, é adicionado na neutralização, pelo que uma quantidade para dissolução do composto de amida carboxílica pode ser elevada. A temperatura de neutralização, de preferência, não é menor do que o ponto de fusão do composto de amida carboxílica e, em geral, ela é de 40 a 90°C.

Conforme descrito acima, a amida carboxílica e os derivados da mesma, nos quais a tonalidade de cor e o odor são bons e os quais são ex-

celentes quanto à estabilidade ao armazenamento a longo prazo, são obtidos no primeiro aspecto da presente invenção. Ainda, a betaína, o sal de amônio quaternário e o sal de amina, nos quais a tonalidade de cor e odor são excelentes, são obtidos do segundo ao quarto aspecto da presente invenção, nos quais o composto de amida carboxílica obtido acima é usado.

Os respectivos compostos (composto de amida carboxílica, betaína, sal de amônio quaternário e sal de amina) obtidos do primeiro ao quarto aspecto da presente invenção podem, adequadamente, ser usados como agentes de limpeza, tais como detergentes para roupas, detergentes para louças, xampus, xampus corporais e agentes de lavagem facial, agentes para o tratamento dos cabelos, tais como creme para enxaguar os cabelos, condicionadores, tratamentos e espumas modeladoras, e agentes para o tratamento de fibra, tais como agentes amaciantes para roupas. Ainda, componentes opcionais podem ser adicionados aos respectivos compostos de acordo com as finalidades de uso.

Quando os respectivos compostos preparados na presente invenção (do primeiro aspecto da presente invenção ao segundo aspecto da presente invenção) são usados, por exemplo, como os agentes para o tratamento dos cabelos, a amida carboxílica do primeiro aspecto da presente invenção, o sal de amida carboxílica do quarto aspecto da presente invenção e o sal quaternário do segundo aspecto da presente invenção são adequadamente usados, e vários componentes adicionais (componente opcionais), os quais têm sido, até o momento, usados para agentes para o tratamento dos cabelos, podem ser misturados, se necessário. Os componentes adicionais acima incluem, por exemplo, tensoativos aniônicos, tensoativos catiônicos, tensoativos não-iônicos, tensoativos anfotéricos, compostos de silício de elevada polimerização, ácidos orgânicos, tais como ácido succínico e ácido málico ou sais dos mesmos, aminoácidos, tais como glicina e alanina, polímeros aniônicos, polímeros catiônicos, polímeros anfotéricos, polímeros não-iônicos, fungicidas, álcoois superiores, hidrocarbonetos, óleos naturais & gorduras, óleos de éster, antioxidantes, agentes de captura, materiais de coloração, fragrâncias, solventes (por exemplo, etanol, derivados de carbitol

e semelhantes), álcoois polihídricos e ácidos graxos. Os componentes adicionais acima podem ser adicionados sozinhos ou em combinação de dois ou mais tipos dos mesmos e eles podem ser misturados em um estágio adequado na preparação dos agentes para o tratamento dos cabelos.

Quando os respectivos compostos preparados na presente invenção são usados como os agentes de limpeza, a betaína do segundo aspecto da presente invenção e a amida carboxílica do primeiro aspecto da presente invenção são, adequadamente, usados, e vários componentes adicionais (componentes opcionais), os quais têm sido, até o momento, usados para agentes de limpeza, podem ser misturados, se necessário. Os componentes adicionais acima incluem, por exemplo, tensoativos aniônicos, tensoativos não-iônicos, tensoativos anfotéricos, compostos de silício altamente polimerizados, ácidos orgânicos, tais como ácido succínico e ácido málico ou sais dos mesmos, aminoácidos, tais como glicina e alanina, polímeros aniônicos, polímeros catiônicos, álcoois superiores, hidrocarbonetos, óleos naturais & gorduras, óleos de éster, antioxidantes, agentes de captura, materiais de coloração, fragrâncias, solventes (por exemplo, etanol, derivados de carbitol e semelhantes), álcoois polihídricos e ácidos graxos. Os componentes adicionais acima podem ser adicionados sozinhos ou em combinação de dois ou mais tipos dos mesmos.

EXEMPLOS

A seguir, a presente invenção será explicada em maiores detalhes com referência aos exemplos e exemplos comparativos, mas a presente invenção não estará restrita aos exemplos descritos abaixo.

Exemplo 1

Um frasco de um litro com quatro gargalos, equipado com um agitador, um termômetro e um condensador de refluxo, foi carregado com 350 g de ácido esteárico (1,23 mol, NAA 173K, peso molecular: 285, fabricado pela Nihon Oil & Fat Corporation) e 0,058 g de uma solução aquosa a 60% de ácido hidroxietanodifosfônico (0,01%, baseado no ácido esteárico, fabricada pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.), e a solução foi aquecida a 80°C para dissolver o ácido esteárico.

Em seguida, após substituição com nitrogênio (pressão reduzida de 6,7 kPa → ajustada de volta para a pressão atmosférica através de nitrogênio), foi realizada duas vezes, a temperatura foi elevada para até 185°C, e 151 g de N,N-dimetil-1,3-diaminopropano (aqui depois abreviado como DMAPA, peso molecular: 102, fabricado pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.) foram adicionados, gota a gota, ao mesmo, em 4 horas. A solução foi mantida de 190 a 200°C durante a adição gota a gota e, então, foi equilibrada durante 5 horas. O valor de ácido foi medido para resultar na confirmação de que ele era de 2,1 mg-KOH/g e que a quantidade de ácido graxo não reagido era de 1,5% ou menos. Então, a pressão foi reduzida para 2,0 kPa a 190°C e a destilação foi realizada durante uma hora para destilar o N,N-dimetil-1,3-diaminopropano não reagido.

Após a destilação, a solução foi esfriada para 90°C e, então, a mistura de reação foi captada. Um valor de amina dessa mistura de reação foi medido por meio de um aparelho de titulação, para resultar na descoberta de que ele era de 152 mg-KOH/g. Adicionalmente, a tonalidade de cor foi medida por meio de um analisador de diferença de cor (OME-200, fabricado pela Nippon Denshoku Industries Co., Ltda.), para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 100.

Exemplo 2

O mesmo frasco de um litro com quatro gargalos, equipado com um agitador, um termômetro e um condensador de refluxo conforme no Exemplo 1 descrito acima, foi carregado com 256,5 g de ácido palmítico (1,0 mol, NAA 160, peso molecular: 256,5, fabricado pela Nihon Oil & Fat Corporation) e foi aquecido a 80 °C para fundir o ácido palmítico. Em seguida, após substituição com nitrogênio (pressão reduzida de 6,7 kPa → ajustada de volta para a pressão atmosférica através de nitrogênio), foi realizada duas vezes,a temperatura foi elevada para até 185°C e 139 g de N,N-dietilaminoetilamina (aqui depois abreviada como DEAEA, peso molecular: 116, fabricada pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.) foram adicionados, gota a gota, ao mesmo, em 4 horas. O líquido foi mantido de 190 a 200 °C durante a adição gota a gota e, então, foi equilibrada durante 8 horas. O valor de á-

cido foi medido para resultar na confirmação de que ele era de 3 mg-KOH/g e que a quantidade de ácido graxo não reagido era de 1,5% ou menos. Então, a pressão foi reduzida para 2,0 kPa a 190 °C e a destilação foi realizada durante uma hora, para destilar a N,N-dietilaminoetilamina não reagida.

Após a destilação, a solução foi esfriada para 110 °C e 0,021 g de solução aquosa a 60% de ácido hidroxietanodifosfônico (0,005%, baseado no ácido palmítico) foram adicionados e misturados. Então, a mistura de reação foi captada. Um valor de amina dessa mistura de reação foi medido por meio de um aparelho de titulação, para resultar na descoberta de que ele era de 144 mg-KOH/g. Adicionalmente, a tonalidade de cor foi medida por meio de um analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 120.

Exemplo 3

O mesmo frasco de um litro com quatro gargalos, equipado com um agitador, um termômetro e um condensador de refluxo conforme no Exemplo 1 descrito acima, foi carregado com 350 g de laurato de metila (1,64 mol, Pastel M12, peso molecular: 214, fabricado pela Lion Oleochemical Co., Ltda.) e 0,29 g de uma solução aquosa a 60% de ácido hidroxietanodifosfônico (0,05%, baseado no laurato de metila, fabricada pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.) e a solução foi aquecida a 80°C. Após substituição com nitrogênio (pressão reduzida de 6,7 kPa → ajustada de volta para a pressão atmosférica através de nitrogênio) ter sido realizada duas vezes,a temperatura foi elevada para até 185°C e 201 g de N,N-dimetil-1,3-diaminopropano (peso molecular: 102, fabricado pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.) foram adicionados, gota a gota, ao mesmo, em 4 horas. O líquido foi mantido de 190 a 200°C durante a adição gota a gota e, então, foi equilibrada durante 8 horas.A quantidade de metil éster não reagido foi medida por meio de cromatografia gasosa, para resultar na descoberta de que ele era de 0,3%. Então, a pressão foi reduzida para 2,0 kPa a 190°C e a destilação foi realizada durante uma hora, para destilar o N,N-dimetil-1,3-diaminopropano não reagido.

Após a destilação, a solução foi esfriada para 90°C e, então, a mistura de reação foi captada. Um valor de amina dessa mistura de reação

foi medido por meio de um aparelho de titulação, para resultar na descoberta de que ele era de 193 mg-KOH/g. Adicionalmente, a tonalidade de cor foi medida por meio de um analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 30.

Exemplo Comparativo 1

A reação foi realizada sob as mesmas condições conforme no Exemplo 1 descrito acima, exceto que o ácido hidroxietanodifosfônico não foi usado. O valor de ácido foi medido para resultar na confirmação de que ele era de 2,2 mg-KOH/g e que a quantidade de ácido graxo não reagido era de 1,5% ou menos. Então, a pressão foi reduzida para 2,0 kPa a 190 °C e a destilação foi realizada durante uma hora para destilar o N,N-dimetil-1,3-diaminopropano não reagido.

Após a destilação, a solução foi esfriada para 90°C e, então, a mistura de reação foi captada. Um valor de amina dessa mistura de reação foi medido por meio de um aparelho de titulação, para resultar na descoberta de que ele era de 152 mg-KOH/g. Adicionalmente, a tonalidade de cor foi medida por meio de um analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 250.

Exemplo Comparativo 2

A reação foi realizada sob as mesmas condições conforme no Exemplo 3 descrito acima, exceto que o ácido hidroxietanodifosfônico não foi usado. A quantidade de metil éster não reagido foi medida por meio de cromatografia gasosa, para descobrir que ela era de 0,3%. Então, a pressão foi reduzida para 2,0 kPa a 190 °C e a destilação foi realizada durante uma hora, para destilar o N,N-dimetil-1,3-diaminopropano não reagido.

Após a destilação, a solução foi esfriada para 90°C e, então, a mistura de reação foi captada. Um valor de amina dessa mistura de reação foi medido por meio de um aparelho de titulação, para resultar na descoberta de que ele era de 193 mg-KOH/g. Adicionalmente, a tonalidade de cor foi medida por meio de um analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 150.

Exemplo 4

O mesmo frasco de um litro com quatro gargalos, equipado com um agitador, um termômetro e um condensador de refluxo conforme no Exemplo 1 descrito acima, foi carregado com 350 g de estearato de metila (1,17 mol, Pastel M180, peso molecular: 299, fabricado pela Lion Oleochemical Co., Ltda.) e 0,058 g de uma solução aquosa a 60% de ácido hidroxietanodifosfônico (0,01%, baseado no estearato de metila, fabricada pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.) e a solução foi aquecida a 80°C. Após substituição com nitrogênio (pressão reduzida de 6,7 kPa → ajustada de volta para a pressão atmosférica através de nitrogênio) ter sido realizada duas vezes,a temperatura foi elevada para até 185°C e 144 g de N,N-dimetil-1,3-diaminopropano (peso molecular: 102, fabricado pela Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltda.) foram adicionados, gota a gota, ao mesmo, em 4 horas. A solução foi mantida de 190 a 200 °C durante a adição gota a gota e, então, foi equilibrada durante 8 horas. A quantidade de metil éster não reagido foi medida por meio de cromatografia gasosa, para resultar na descoberta de que ela era de 0,4%. Então, a pressão foi reduzida para 2,0 kPa a 190°C e a destilação foi realizada durante uma hora, para destilar o N,N-dimetil-1,3-diaminopropano não reagido.

Após a destilação, a solução foi esfriada para 90°C e, então, a mistura de reação foi captada. Um valor de amina dessa mistura de reação foi medido por meio de um aparelho de titulação, para resultar na descoberta de que ele era de 152 mg-KOH/g. Adicionalmente, a tonalidade de cor foi medida por meio de um analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 50.

O composto de amida carboxílica acima foi selado com nitrogênio e, em seguida, submetido a um teste de estabilidade ao armazenamento a 100°C, durante 7 dias. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era Gardner 1 e que a estabilidade da tonalidade de cor era boa.

Exemplo 5

A reação foi realizada durante 10 horas através do mesmo método conforme no Exemplo 1 descrito acima, exceto que ácido láurico (peso

molecular: 200, fabricado pela Acidchem Co., Ltda.) foi usado em lugar de ácido esteárico e que a reação foi realizada na presença de 0,005% de ácido hidroxietanodifosfônico. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 100. O composto de amida carboxílica acima foi selado com nitrogênio e, em seguida, submetido a um teste de estabilidade ao armazenamento a 100°C, durante 7 dias. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era Gardner 1 e que a estabilidade da tonalidade de cor era boa.

Exemplo 6

Ácido esteárico foi usado para realizar a reação durante 10 horas, através do mesmo método conforme no Exemplo 1 descrito acima, exceto que ácido hidroxietanodifosfônico foi adicionado antes da reação e 0,1% de ácido hidroxietanodifosfônico foi adicionado após a destilação. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era APHA 120. O composto de amida carboxílica acima foi submetido a um teste de estabilidade ao armazenamento a 100 °C, durante um dia, sem selagem com nitrogênio. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era Gardner 1.

Exemplo Comparativo 3

A reação foi realizada sob as mesmas condições conforme no Exemplo 4 descrito acima, exceto que o ácido hidroxietanodifosfônico não foi adicionado. O composto de amida carboxílica acima foi selado com nitrogênio e, em seguida, submetido a um teste de estabilidade ao armazenamento a 100°C, durante 7 dias. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era Gardner 4.

Exemplo Comparativo 4

A reação foi realizada sob as mesmas condições conforme no Exemplo 5 descrito acima, exceto que o ácido hidroxietanodifosfônico não foi

adicionado. O composto de amida carboxílica acima foi selado com nitrogênio e, em seguida, submetido a um teste de estabilidade ao armazenamento a 100°C, durante 7 dias. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era Gardner 5.

Exemplo Comparativo 5

A reação foi realizada sob as mesmas condições conforme no Exemplo 6 descrito acima, exceto que o ácido hidroxietanodifosfônico não foi adicionado. O composto de amida carboxílica acima foi selado com nitrogênio e, em seguida, submetido a um teste de estabilidade ao armazenamento a 100°C, durante 7 dias. A tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que a tonalidade de cor era Gardner 6.

Exemplo 7

Uma autoclave de vidro de um litro foi carregada com 250 g de amida carboxílica (valor de amina: 152) sintetizada da mesma maneira conforme no Exemplo 4 descrito acima, 128 g de álcool estearílico (fabricado pela Kanto Chemical Co., Inc.), 128 g de álcool cetílico (fabricado pela Kanto Chemical Co., Inc.), 18,4 g de etanol (fabricado pela Kanto Chemical Co., Inc.) e 1,4 g de hidrogencarbonato de sódio (fabricado pela Asahi Glass Co., Ltda.) e eles foram aquecidos e dissolvidos enquanto se agitava. Em seguida, a substituição com nitrogênio (pressão reduzida de 0,2 kPa → pressão atmosférica) foi realizada três vezes. Após atingir 65°C, cloreto de metila (fabricado pela Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltda.) foi carregado em uma quantidade de 1,03 mol baseado na amina e a solução foi equilibrada de 85 a 100°C, durante 2,5 horas. Foi confirmado que o total de amina livre e cloridrato de amina era de 1% ou menos e, então, a reação foi terminada. A pressão foi removida e a solução foi esfriada para a temperatura ambiente e solidificada, para se obter um sal de amônio quaternário flocoso. O sal de amônio quaternário foi dissolvido de modo que a concentração fosse de 50% em massa, baseado em 2-propanol e, então, a tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de

que ela era APHA 30. Adicionalmente, o odor do sal de amônio quaternário foi avaliado através de avaliação funcional para descobrir que ele era bom.

Exemplo 8

Um frasco de 2 litros com quatro gargalos, equipado com um agitador, um termômetro, um funil de gotejamento e um tubo de resfriamento, foi carregado com 181 g de amida carboxílica sintetizada da mesma maneira conforme no Exemplo 5 descrito acima, 480 g de água íon-trocada, 79 g de monocloroacetato de sódio (peso molecular: 116,5, fabricado pela Kanto Chemical Co., Ltda.) e 6,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio (diluída para 30%, fabricada pela Kanto Chemical Co., Ltda.) e, então, a temperatura foi elevada para até 90°C. Após o que, a solução foi equilibrada durante 5 horas e, então, esfriada a fim de se obter lauramidapropilbetaína tendo AI de 30%. A tonalidade de cor do produto acima foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que ela era APHA 40. Adicionalmente, o odor da betaína obtido foi avaliado, para descobrir que ele era bom.

Exemplo 9

Um frasco de um litro com quatro gargalos foi carregado com 250 g de amida carboxílica (valor de amina: 152) sintetizada da mesma maneira conforme no Exemplo 1 descrito acima e ela foi fundida de 70 a 80°C, enquanto se agitava. Em seguida, uma solução aquosa de ácido p-tolueno-sulfônico preparada através da dissolução de 116 g de monohidrato de ácido p-tolueno-sulfônico (fabricado pela Kanto Chemical Co., Ltda.) em 117 g de água foi lentamente adicionada à mesma, para neutralizá-la. A água foi destilada sob pressão reduzida, enquanto se mantinha a temperatura a 70 a 80°C, e o líquido foi esfriado para a temperatura ambiente e solidificado, para se obter um sal de amina flocoso. O sal de amina foi dissolvido de modo que a concentração fosse de 50% em massa, baseado em 2-propanol e, então, a tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que ela era APHA 60. Ainda, o odor da betaína obtido foi julgado para descobrir que ele era bom.

Exemplo Comparativo 6

Um sal de amônio quaternário foi sintetizado sob as mesmas condições conforme no Exemplo 6 usando 250 g de amida carboxílica sintetizada da mesma maneira conforme no Exemplo Comparativo 3 descrito acima. O sal de amônio quaternário foi dissolvido de modo que a concentração fosse de 50% em massa, baseado em 2-propanol e, então, a tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que ela era APHA 150. Adicionalmente, o odor do sal de amônio quaternário foi avaliado para descobrir que o odor era forte e inferior.

Exemplo Comparativo 7

Betaína foi sintetizada sob as mesmas condições conforme no Exemplo 8 usando amida carboxílica sintetizada da mesma maneira conforme no Exemplo Comparativo 4 descrito acima. A tonalidade de cor do produto acima foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que ela era APHA 250. Adicionalmente, o odor da betaína obtida foi avaliado, para descobrir que o odor era forte e inferior.

Exemplo Comparativo 8

Um sal de amina foi sintetizado sob as mesmas condições conforme no Exemplo 9 usando amida carboxílica sintetizada da mesma maneira conforme no Exemplo Comparativo 1 descrito acima. O sal de amina foi dissolvido de modo que a concentração fosse de 50% em massa, baseado em 2-propanol e, então, a tonalidade de cor foi medida por meio do analisador de diferença de cor, para resultar na descoberta de que ela era APHA 140. Adicionalmente, o odor do sal de amina foi avaliado, para descobrir que o odor era forte e inferior.

Os resultados de teste dos Exemplos 1 a 3 e Exemplos Comparativos 1 a 2, cada um descrito acima, são mostrados na Tabela 1 a seguir; os resultados de teste dos Exemplos 4 a 6 e Exemplos Comparativos 3 a 5, cada um descrito acima, são mostrados na Tabela 2 a seguir; e os resultados de teste dos Exemplos 7 a 9 e Exemplos Comparativos 6 a 8, cada um descrito acima, são mostrados na Tabela 3 a seguir.

Tabela 1

	Derivado de ácido graxo	**Diamina**	**Aditivos (quantidade de adição)**	**Momento de adição**	**Tonalidade de cor (APHA)**
Exemplo 1	Ácido esteárico	DMAPA	Ácido hidroxietanodifosfônico a 0,01%	Antes de reação	100
Exemplo 2	Ácido palmítico	DEAEA	Ácido hidroxietanodifosfônico a 0,05%	Após destilação	120
Exemplo 3	Laurato de metila	DMAPA	Ácido hidroxietanodifosfônico a 0,05%	Antes de reação	30
Exemplo Comparativo 1	Ácido esteárico	DMAPA	Sem adição	Sem adição	350
Exemplo Comparativo 2	Laurato de metila	DMAPA	Sem adição	Sem adição	150

Tabela 2

	Derivado de ácido graxo	Diamina	Quantidade de adição de ácido hidroxietan-odifosfônico	Temperatura de armazena-mento (°C)	Periodo de ar-mazenamento (dias)	Vedação com nitrogênio	Tonalidade de cor (G/H)
Exemplo 4	Estearato de metila	DMAPA	0,01%	100	7	Presente	1
Exemplo 5	Ácido láurico	DMAPA	0,005%	100	7	Presente	1
Exemplo 6	Ácido esteárico	DMAPA	0,1%	100	1	Nenhuma	1
Exemplo Comparativo 3	Estearato de metila	DMAPA	Sem adição	100	7	Presente	4
Exemplo Comparativo 4	Ácido láurico	DMAPA	Sem adição	100	7	Presente	5
Exemplo Comparativo 5	Ácido esteárico	DMAPA	Sem adição	100	1	Nenhuma	6

Tabela 3

	Derivado de ácido graxo	Diamina	Quantidade de adição de ácido hidroxietano-difosfônico	Derivado	Tonalidade de cor do derivado (APHA)	Odor do derivado
Exemplo 7	Estearato de metila	DMAPA	0,01%	Sal de amônio quaternário	30	O
Exemplo 8	Ácido láurico	DMAPA	0,005%	Betaína	40	O
Exemplo 9	Ácido esteárico	DMAPA	0,01%	Sal de amina	60	O
Exemplo Comparativo 6	Estearato de metila	DMAPA	Sem adição	Amina quaternária	150	X
Exemplo Comparativo 7	Ácido láurico	DMAPA	Sem adição	Betaína	250	X
Exemplo Comparativo 8	Ácido esteárico	DMAPA	Sem adição	Sal de amina	140	X

Conforme evidente a partir dos resultados mostrados na Tabela 1 e Tabela 2, cada uma descrita acima, foi confirmado que os compostos de amida carboxílica, nos quais a tonalidade de cor é boa, são obtidos nos Exemplos 1 a 6, caindo no escopo da presente invenção quando comparados aos Exemplos Comparativos 1 a 5, que caem fora do escopo da presente invenção.

Adicionalmente, conforme evidente a partir dos resultados mostrados na Tabela 3 descrita acima, foi confirmado que as betaínas, os sais de amônio quaternário e os sais de amina, nos quais a tonalidade de cor e odor são bons, são obtidos nos Exemplos 7 a 9, caindo no escopo da presente invenção quando comparados aos exemplos comparativos 6 a 8, que caem fora do escopo da presente invenção.

Aplicabilidade Industrial

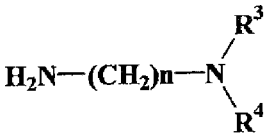
Os compostos de amida carboxílica que são obtidos de acordo com a presente invenção e nos quais a estabilidade de tonalidade de cor após o passar do tempo é boa são úteis como intermediários para tensoativos catiônicos de sais de amônio quaternário e tensoativos anfotéricos do tipo betaína, e as amidas carboxílicas em si são, adequadamente, usadas para cremes para enxaguar cabelos, condicionadores e semelhantes, como sais de amina.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo de produção de amida carboxílica, caracterizado pelo fato de que é pela reação de ácido graxo superior ou um éster do mesmo representado pela Fórmula (1) a seguir com diamina representada pela Fórmula (2) a seguir, sob a presença de 0,001 a 0,1% em massa de um composto de ácido fosfônico orgânico baseado na quantidade total do ácido graxo superior ou éster do mesmo descrito acima:

$$R^1\text{-}COOR^2 \qquad (1)$$

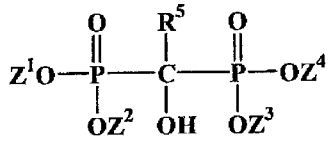
na Fórmula (1) descrita acima, R^1 representa um grupo alquila linear ou ramificado, um grupo alquenila ou um grupo hidroxialquila tendo de 5 a 23 átomos de carbono, e R^2 representa um átomo de hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado tendo de 1 a 4 átomos de carbono, ou um resíduo obtido através de remoção de um grupo aciloxi de glicerídeo;



(2)

na Fórmula (2) descrita acima, R^3 e R^4 representam um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono e podem ser os mesmos ou diferentes, e n representa um número de 2 a 4.

2. Processo de produção de amida carboxílica de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o composto de ácido fosfônico orgânico é ácido difosfônico ou um sal do mesmo, tendo uma estrutura representada pela fórmula (3) a seguir:



(3)

na Fórmula (3) descrita acima, R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo alquila inferior tendo de 1 a 3 átomos de carbono e Z^1, Z^2, Z^3 e Z^4 representam, cada um independentemente, um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino.

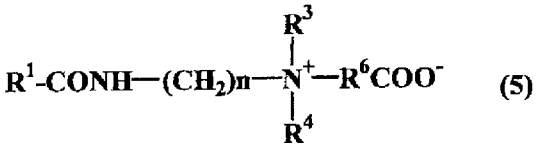
3. Processo de produção de betaína, caracterizado pelo fato de que produz betaína representada pela Fórmula (5) a seguir através de reação do composto de amida carboxílica obtido por meio do processo de pro-

dução como definido na reivindicação 1 ou 2, com ácido monohaloalquilcarboxílico ou um sal do mesmo representado pela Fórmula (4) a seguir:

$$YR^6\text{-}COOZ^5 \qquad (4)$$

na Fórmula (4) descrita acima, Y representa um átomo de halogênio; R^6 representa um grupo alquileno linear ou ramificado tendo de 1 a 3 átomos de carbono; e Z^5 representa um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino;

na Fórmula (5) a seguir, R^1, R^3, R^4, R^6 e n são os mesmos conforme descrito acima



$$R^1\text{-}CONH\text{—}(CH_2)n\text{—}N^+(R^3)(R^4)\text{—}R^6COO^- \qquad (5)$$

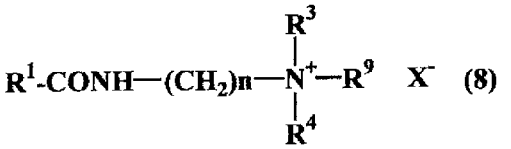
4. Processo de produção de um sal de amônio quaternário, caracterizado pelo fato de que produz um sal de amônio quaternário representado pela Fórmula (8) a seguir, através da reação do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção como definido na reivindicação 1 ou 2, com haleto de alquila representado pela Fórmula (6) a seguir, ou dialquilsulfato representado pela Fórmula (7) a seguir:

$$YR^7 \qquad (6)$$

na Fórmula (6) descrita acima, Y representa um átomo de halogênio e R^7 representa um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono;

$$R^8R^8SO_4 \qquad (7)$$

na Fórmula (7) descrita acima, R^8 representa um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono;

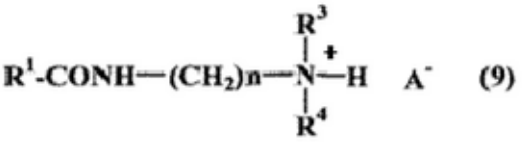


$$R^1\text{-}CONH\text{—}(CH_2)n\text{—}N^+(R^3)(R^4)\text{—}R^9 \quad X^- \qquad (8)$$

na Fórmula (8) descrita acima, R^1, R^3, R^4 e n representam os mesmos significados conforme descrito acima; R^9 representa R^7 ou R^3; e X representa Y ou R^8SO_4.

5. Processo de produção de um sal de amina, caracterizado pelo fato de que produz um sal de amina representado pela Fórmula (9) a seguir,

através da neutralização do composto de amida carboxílica obtido através do processo de produção como definido na reivindicação 1 ou 2, com pelo menos um agente de neutralização selecionado de ácidos orgânicos, ácidos inorgânicos e aminoácidos ácidos:



$$R^1\text{-}CONH\text{—}(CH_2)n\text{—}\overset{\overset{R^3}{|}}{\underset{\underset{R^4}{|}}{N^+}}\text{—}H \quad A^- \qquad (9)$$

na Fórmula (9) descrita acima, R^1, R^3, R^4 e n representam os mesmos significados conforme descrito acima e A representa um ácido orgânico, ácido inorgânico ou aminoácido ácido.

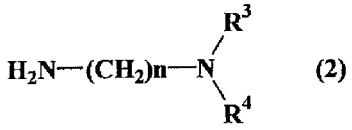
RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSOS DE PRODUÇÃO DE AMIDA CARBOXÍLICA, BETAÍNA, SAL DE AMÔNIO QUATERNÁRIO E SAL DE AMINA".**

A presente invenção refere-se a um processo de produção para um composto de amida carboxílica cuja estabilidade de tonalidade de cor após o passar do tempo é boa e, de forma a proporcionar processos de produção para betaína, um sal de amônio quaternário e um sal de amina usando o composto de amida carboxílica acima, um processo de produção para amida carboxílica e derivados da mesma, caracterizado por reação de ácido graxo superior ou um éster do mesmo representado pela fórmula (1) a seguir, com diamina representada pela fórmula (2) a seguir, sob a presença de um composto de ácido fosfônico orgânico ou adição do composto de ácido fosfônico orgânico após a reação ou após remoção de diamina em excesso após a reação:

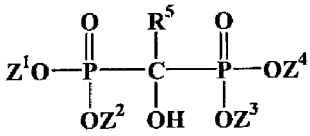
$$R^1\text{-}COOR^2 \quad (1)$$

na fórmula (1) descrita acima, R^1 representa um grupo alquila linear ou ramificado, um grupo alquenila ou um grupo hidroxialquila tendo 5 a 23 átomos de carbono e R^2 representa um átomo de hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 4 átomos de carbono ou um resíduo obtido através de remoção de um grupo aciloxi de glicerídeo;



(2)

na fórmula (2) descrita acima, R^3 e R^4 representam um grupo alquila tendo 1 a 4 átomos de carbono e podem ser os mesmos ou diferentes e n representa um número de 2 a 4,



(3)

na fórmula (3) descrita acima, R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo alquila inferior tendo 1 a 3 átomos de carbono e Z^1, Z^2, Z^3 e Z^4 representam, cada um independentemente, um átomo de hidrogênio ou um átomo de metal alcalino.