

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 365 088**

21 Número de solicitud: 201030368

51 Int. Cl.:
C07H 15/04 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación: **12.03.2010**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **22.09.2011**

43 Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
22.09.2011

71 Solicitante/s: **Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)** (Titular al 50%)
c/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES
Universidad Politécnica de Valencia (Titular al 50%)

72 Inventor/es: **Corma Canós, Avelino y Villandier, Nicolás David**

74 Agente: **Pons Ariño, Ángel**

54 Título: **Procedimiento de obtención de surfactantes biodegradables a partir de celulosa en un solo reactor.**

57 Resumen:

Procedimiento de obtención de surfactantes biodegradables a partir de celulosa en un solo reactor.

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de surfactantes a partir de celulosa y hemicelulosa que se lleva a cabo en una reacción en un solo reactor, *one pot*, y que comprende, al menos los siguientes pasos:

- e) un primer paso de hidrólisis donde se mezcla la celulosa con al menos un líquido iónico, agua y con catalizador;
- f) un segundo paso de glicosidación en el que se añade al menos un alcohol cuando el nivel de hidrólisis de la celulosa está comprendido entre el 10 y el 80%.

Los productos obtenidos son preferentemente alquil- α,β -glicósidos.

ES 2 365 088 A1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de obtención de surfactantes biodegradables a partir de celulosa en un solo reactor.

Campo de la invención

La presente invención pertenece al campo de los procedimientos para la conversión catalítica "one pot" de celulosa en alquil- α,β -glicósidos.

Estado de la técnica anterior a la invención

La creciente exigencia actual de reducir las emisiones de dióxido de carbono a la atmósfera debido a su efecto en el calentamiento global, ha generado un rápido desarrollo de tecnologías alternativas que utilicen materias primas renovables entre las que destaca la celulosa. El hecho de que la celulosa sea abundante y además sea una fuente renovable, ha supuesto un auge en estudios relacionados con la transformación de la misma.

Por otro lado, los alquilglicósidos de cadena larga son compuestos no iónicos que presentan excelentes propiedades como surfactantes, además de presentar una baja toxicidad y de ser biodegradables. Estos derivados de los carbohidratos pueden ser utilizados en cosmética y detergentes, como emulgentes en la empresa alimentaria y como agentes dispersantes en farmacéutica.

Existen dos procedimientos principales de obtención de este tipo de compuestos, el proceso de glicosidación de Fisher y el método de Koenig-Knorr. El proceso de glicosidación de Fisher es más simple y menos costoso que el método de Koenig-Knorr e implica una acetilación de un carbohidrato (normalmente glucosa) utilizando un catalizador ácido y en presencia de un alcohol. En la literatura están descritos diversos catalizadores ácidos, tanto homogéneos como heterogéneos, que han sido utilizados como por ejemplo resinas de intercambio iónico, silicalúmina amorfa, zeolitas y materiales mesoporosos tipo MCM-41, catalizadores minerales y ácidos orgánicos entre otros.

La hidrólisis ácida de la celulosa es una fuente importante de obtención glucosa. La celulosa, que tal y como se ha comentado anteriormente es una fuente cada vez más importante para la obtención de biocombustibles y compuestos químicos, es un polímero cristalino de unidades de D-glucopiranosas unidas entre sí a través de uniones β -1,4 glicosídicos. La interacción entre las diferentes cadenas está asegurada a través de puentes de hidrógeno e interacciones de Van der Valls, lo que le confiere a la celulosa una elevada estabilidad haciendo difícil llevar a cabo el proceso de hidrólisis de la misma.

La mayoría de los procesos de hidrólisis para transformar la celulosa en glucosa se llevan a cabo en agua. La reacción se lleva a cabo en presencia de minerales ácidos, enzimas o en condiciones hidrotermales. Recientemente, se han desarrollado procesos utilizando catalizadores heterogéneos. En S. Sugama *et al.*, J. Amer. Chem. Soc. 2008 se describe el uso de materiales de carbón con grupos SO_3H . En A. Takagaky *et al.*, Chem. Comm. 2008, utilizan óxidos metálicos laminados como por ejemplo HNbMoO_6 , pero el rendimiento a glucosa es muy bajo en ambos casos. Para favorecer la transformación de celulosa en glucosa, Onda *et al.*, Green Chemistry, 2008 and Top. Cat. 2009, utilizan como material de partida celulosa que ha sido pretratada para disminuir la cristalinidad de la misma. R.P. Swatloski, J. Amer. Chem. Soc. 2002,

han descrito que es posible disolver celulosa en líquidos iónicos, y además en presencia de catalizadores minerales o catalizadores sólidos ácidos la celulosa puede además depolimerizarse.

W. Deng *et al.*, Chem. Comm. 2010 se ha descrito la transformación de celulosa en metil- α,β -glicósidos en medio metanol con un rendimiento del 50-60% en presencia de varios catalizadores ácidos, a 468 K y 30 bar. Pero este proceso, requiere de una elevada presión y temperatura, y da bajos rendimientos a alquilglicósidos cuando reacciona con alcoholes de cadena larga necesarios para la obtención de productos con propiedades surfactantes como los obtenidos según el procedimiento de la presente invención.

En la presente invención se describe un procedimiento capaz de transformar la celulosa en surfactantes alquil- α,β -glicósidos en condiciones suaves y en una reacción en un solo reactor utilizando un catalizador apropiado y condiciones de reacción adecuadas que permiten acoplar la hidrólisis de la celulosa de partida con la glicosidación de Fisher de la glucosa formada en el primer paso con alcoholes con cadenas de más de 4 carbonos. Los procesos en un solo reactor (también denominados reacciones en *one pot*) son una estrategia destinada a intensificar los procesos para mejorar la eficiencia de reacciones que ocurren en serie. Estas reacciones están siendo ampliamente estudiadas debido a sus numerosas ventajas como la eliminación de los procesos de separación y purificación de intermedios con el consiguiente aumento de producción y disminución de inversión y formación de residuos.

Descripción de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de surfactantes a partir de celulosa y hemicelulosa que se lleva a cabo en una reacción en un solo reactor, *one pot*, y que comprende, al menos los siguientes pasos:

- un primer paso de hidrólisis donde se mezcla la celulosa con al menos un líquido iónico, agua y con catalizador;
- un segundo paso de glicosidación en el que se añade al menos un alcohol cuando el nivel de hidrólisis de la celulosa está comprendido entre el 10 y el 80%.

Cuando en la descripción de la presente invención se hace referencia a celulosa, se refiere tanto a celulosa como a mezclas de celulosa y hemicelulosa.

Según este procedimiento, es posible transformar la celulosa directamente en surfactantes, por ejemplo alquil- α,β -glicósidos, preferentemente alquil- α,β -glicósidos y alquil- α,β -xilósidos, en una reacción *one pot*, y para ello, se ha encontrado el catalizador apropiado y las condiciones de reacción apropiadas que permiten acoplar las dos reacciones que se deben llevar a cabo en *one pot*, la hidrólisis de la celulosa de partida en medio iónico y la glicosidación de Fisher de la glucosa formada en el primer paso con alcoholes.

De manera preferente, el líquido iónico que se utiliza en el primer paso puede estar seleccionado de manera preferente entre líquidos iónicos que contienen como catión el grupo imidazolio, y más preferentemente es BMIMCl.

En el procedimiento descrito según la presente invención, la cantidad de agua presente en el medio es

importante ya que, aunque ésta favorece la primera etapa de hidrólisis de la celulosa y minimiza la formación de HMF (producto no deseado), tiene a su vez un efecto negativo en la segunda etapa de glicosidación de la glucosa, por lo que es necesario encontrar una cantidad que favorezca al máximo la hidrólisis de la celulosa intentando que cause el menor efecto negativo posible en la glicosidación de Fisher. Por lo explicado anteriormente, según una realización particular de la presente invención la relación celulosa/agua está entre 20 y 0,2 en peso, más preferentemente entre 10 y 0,5 en peso.

Tanto la hidrólisis de celulosa como la glicosidación de Fisher del procedimiento que se lleva a cabo según la presente invención, es necesario que el catalizador sea un catalizador ácido. Este catalizador, puede estar seleccionado de manera preferente entre heteropoliácidos y catalizadores que comprenden grupos sulfónicos. Los heteropoliácidos son preferentes heteropoliácidos que contienen tetraedros PO_4 o SiO_4 . Además, estos heteropoliácidos contienen de manera preferente Mo o W. Según una realización particular, el heteropoliácido es $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$.

En el caso en que el catalizador comprende grupos sulfónicos, éstos deben estar accesibles para que aumente la efectividad del catalizador. Según una realización particular, el catalizador utilizado conlleva el uso de resinas con grupos sulfónicos, siendo un ejemplo de ellas el Amberlyst 15Dry. La resina Amberlyst 15Dry es un catalizador comercial de la compañía Rohm and Haas. Una vez se han llevado a cabo el primer paso, en el que la celulosa inicial y el líquido iónico se han mezclado junto con el catalizador y una cierta cantidad de agua, se inicia la reacción de hidrólisis que se puede llevar a cabo a una temperatura preferente entre 60 y 140°C y a una presión preferente entre 1 y 5 bares y más preferentemente se lleva a cabo a presión atmosférica durante un periodo de tiempo suficiente para hidrolizar, preferentemente entre un 10% de la celulosa pero no más de un 80%. En este momento, en el segundo paso, se añade un alcohol y la presión del sistema se reduce a un rango preferente entre 5 y 700 mbar y más preferentemente entre 20 y 600 mbar, manteniéndose la temperatura preferente entre 60 y 140°C. En esta segunda etapa de la reacción, la hidrólisis de la celulosa puede seguir teniendo lugar al mismo tiempo que se produce la glicosidación del segundo paso. El tiempo de reacción varía según las condiciones de reacción y la cantidad de catalizador utilizado. En condiciones preferentes de reacción, la relación de celulosa o mezclas de celulosa y hemicelulosa con respecto al líquido iónico puede variar entre 0,4 y 0,02 en peso, siendo la relación de celulosa más líquido iónico a catalizador preferentemente entre 80 y 5 en peso y preferentemente entre 60 y 10 en peso.

Debe considerarse que la sola combinación de los resultados reportados hasta ahora sobre hidrólisis de celulosa y glicosidación de la glucosa con alcoholes no es suficiente para obtener los resultados del proceso que se describe en la presente invención. Si uno lleva a cabo la hidrólisis completa de la celulosa y a continuación se hace reaccionar con el alcohol, ya sea a presión atmosférica o en vacío, la selectividad al producto de glicosidación es baja. Si por otra parte se mezclan desde el principio la celulosa y el alcohol, el rendimiento final es bajo. En nuestro caso, hemos encontrado que sorprendentemente los resultados ob-

tenidos son mejores cuando se introduce el alcohol cuando sólo una parte de la celulosa se ha hidrolizado, preferentemente entre un 10 y un 80%. Más aún, se ha visto que el proceso es eficiente si en ese momento se lleva a cabo una variación de la presión de trabajo en los rangos antes descritos.

El alcohol introducido en el paso 2, es preferentemente de un alcohol de 4 o más carbonos, como por ejemplo butanol y hexanol y más preferentemente se trata de un alcohol de 8 o más carbonos, como por ejemplo octanol, decanol, dodecanol y tetradecanol, preferentemente octanol. De manera preferente, dichos alcoholes pueden ser alcoholes lineales.

Los productos obtenidos según el procedimiento de la presente invención pueden ser alquil- α,β -glicósidos, preferentemente alquil- α,β -glucósidos y alquil- α,β -xilósidos, que pueden ser utilizados como surfactantes gracias a sus propiedades.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

Realizaciones de la invención

Ejemplos

Ejemplo 1

Se introducen 0,3 g de α -celulosa y 6 g de BMIMCI en un recipiente y se calientan a 100°C, a presión atmosférica hasta que se forma una solución clara (unos 30 minutos). A esta mezcla se le añade 315 mg de agua y 160 mg catalizador Amberlyst 15Dry. Se agita vigorosamente. Después de 1,5 horas se añaden 7 ml de octanol y se agita vigorosamente a 90°C. La reacción se lleva a cabo a 40 mbar de presión durante 24 h.

El rendimiento total a surfactantes es de 81,7% en peso, correspondiendo el 70% al alquil- α,β -glucósido y el 11,7% al alquil- α,β -xilósido.

Ejemplo 2

Se introducen 0,3 g de α -celulosa y 6 g de BMIMCI en un recipiente y se calientan a 100°C, a presión atmosférica hasta que se forma una solución clara (unos 30 minutos). A esta mezcla se le añade 315 mg de agua y 160 mg catalizador Amberlyst 15Dry. Se agita vigorosamente. Después de 1,5 horas se añaden 5,5 ml de hexanol y se agita vigorosamente a 90°C. La reacción se lleva a cabo a 40 mbar de presión durante 24 h.

El rendimiento total a surfactantes es de 72,4% en peso, correspondiendo el 60,1% al alquil- α,β -glucósido y el 12,3% al alquil- α,β -xilósido.

Ejemplo 3

Se introducen 0,3 g de fibra de celulosa y 6 g de BMIMCI en un recipiente y se calientan a 100°C, a presión atmosférica hasta que se forma una solución clara (unos 30 minutos). A esta mezcla se le añade 760 mg de agua y 350 mg catalizador Amberlyst 15Dry. Se agita vigorosamente. Después de 40 minutos se añaden 8 ml de octanol y se agita vigorosamente a 90°C. La reacción se lleva a cabo a 40 mbar de presión durante 24 h.

El rendimiento total a surfactantes es de 71,5% en peso, correspondiendo el 71,5% al alquil- α,β -glucósido.

Ejemplo 4

Se introducen 0,3 g de α -celulosa y 6 g de BMIM-Cl en un recipiente y se calientan a 100°C, a presión atmosférica hasta que se forma una solución clara (unos 30 minutos). A esta mezcla se le añade 760 mg de agua y 710 mg catalizador $H_3PW_{12}O_{40}$. Se agita vigorosamente. Después de 60 minutos se añaden 8 ml de octanol y se agita vigorosamente a 90°C. La reacción se lleva a cabo a 40 mbar de presión durante 24 h.

El rendimiento total a surfactantes es de 74,9% en peso, correspondiendo el 64,0% al alquil- α,β -glucósido y el 10,9% al alquil- α,β -xilósido.

Ejemplo 5

Se introducen 0,3 g de α -celulosa y 6 g de BMIM-Cl en un recipiente y se calientan a 100°C, a presión atmosférica hasta que se forma una solución clara (unos 30 minutos). A esta mezcla se le añade 315 mg de agua y 160 mg catalizador Amberlyst 15Dry. Se agita vigorosamente. Después de 5 horas se añaden 8 ml de octanol y se agita vigorosamente a 90°C. La reacción se lleva a cabo a 40 mbar de presión durante 24 h.

El rendimiento total a surfactantes es de 48,3% en peso, correspondiendo el 43,8% al alquil- α,β -glucósido y el 4,5% al alquil- α,β -xilósido.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 5 celulosa que comprende, al menos:

- c) un primer paso de hidrólisis donde se mezcla la
 celulosa con al menos un líquido iónico y con
 catalizador;
- d) un segundo paso de glicosidación en el que se
 añade al menos un alcohol cuando el nivel de
 hidrólisis de la celulosa está comprendido en-
 tre el 10 y el 80%.

2. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 10 lulosa según la reivindicación 1, **caracterizado** por-
 que el primer paso se lleva a cabo a una presión entre
 1 y 5 bares.

3. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 15 lulosa según la reivindicación 2, **caracterizado** por-
 que el primer paso se lleva a cabo a presión atmosfé-
 rica.

4. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 20 micelulosa según la reivindicación 1, **caracterizado**
 porque el segundo paso se lleva a cabo a una presión
 entre 5 y 700 mbar.

5. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 25 micelulosa según la reivindicación 4, **caracterizado**
 porque el segundo paso se lleva a cabo a una presión
 entre 20 y 600 mbar.

6. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 30 lulosa según cualquiera de las reivindicaciones an-
 teriores, **caracterizado** porque se lleva a cabo a una
 temperatura entre 60 y 140°C.

7. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*; a partir de celulosa y hemice-
 35 lulosa según la reivindicación 1, **caracterizado** por-
 que el líquido iónico del primer paso está selecciona-
 do entre líquidos iónicos que contienen como catión
 el grupo imidazolio.

8. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 40 micelulosa según la reivindicación 7, **caracterizado**
 porque el líquido iónico es BMIMCl.

9. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 45 lulosa según la reivindicación 1, **caracterizado** por-
 que la relación celulosa/agua está entre 20 y 0,2 en
 peso.

10. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 50 lulosa según la reivindicación 9, **caracterizado** por-
 que la relación celulosa/agua está entre 10 y 0,5 en
 peso.

11. Procedimiento de obtención de surfactantes en

un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 micelulosa según la reivindicación 1, **caracterizado**
 porque la relación entre celulosa y líquido iónico está
 entre 0,4 y 0,02 en peso.

12. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 5 micelulosa según la reivindicación 1, **caracterizado**
 porque la relación entre celulosa más líquido iónico a
 catalizador está entre 80 y 5 en peso.

13. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 10 lulosa según la reivindicación 12, **caracterizado** por-
 que la relación entre celulosa más líquido iónico a
 catalizador está entre 60 y 10 en peso.

14. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 15 micelulosa según la reivindicación 1, **caracterizado**
 porque el catalizador es un catalizador ácido.

15. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 20 lulosa según la reivindicación 14, **caracterizado** por-
 que el catalizador comprende grupos sulfónicos.

16. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 25 lulosa según la reivindicación 15, **caracterizado** por-
 que dicho catalizador es una resina.

17. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 30 lulosa según la reivindicación 16, **caracterizado** por-
 que la resina es Amberlyst 15Dry.

18. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 35 lulosa según la reivindicación 14, **caracterizado** por-
 que el catalizador es un heteropoliácido.

19. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 40 lulosa según la reivindicación 18, **caracterizado** por-
 que el heteropoliácido contiene tetraedros PO₄ o SiO₄.

20. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 45 lulosa según una de las reivindicaciones 18 y 19, **ca-
 racterizado** porque el heteropoliácido contienen Mo
 o W.

21. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y he-
 micelulosa según la reivindicación 1, **caracterizado**
 porque el alcohol es un alcohol de 4 o más carbonos.

22. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 50 lulosa según la reivindicación 21, **caracterizado** por-
 que el alcohol es un alcohol de 8 o más carbonos.

23. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 55 lulosa según la reivindicación 22, **caracterizado** por-
 que el alcohol es octanol.

24. Procedimiento de obtención de surfactantes en un solo reactor, *one pot*, a partir de celulosa y hemice-
 lulosa según una de las reivindicaciones 21 a 23, **ca-
 60 racterizado** porque el alcohol es lineal.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

21 N.º solicitud: 201030368

22 Fecha de presentación de la solicitud: 12.03.2010

32 Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

5 Int. Cl. : **C07H15/04** (01.01.2006)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	DENG, W. et al. "Acid-catalysed direct transformation of cellulose into methyl glucosides in methanol at moderate temperatures" Chemical Communications. 6 Febrero 2010, Vol. 46, páginas 2668-2670; páginas 1-3.	1-24
A	US 4987225 A (HENKEL KGAA) 22.01.1991, columna 3, línea 25 – columna 5, línea 48.	1-24
A	US 3450690 A (CORN PRODUCTS CO) 17.06.1969, columna 2, líneas 10-61.	1-24
A	ES 2154639 T3 (COGNIS CORP) 16.04.2001 página 4, línea 55 – página 8, línea 21.	1-24
A	US 3839318 A (ROHM & HAAS) 01.10.1974, columna 1, línea 46 – columna 4, línea 36.	1-24

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
25.02.2011

Examinador
M. García González

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C07H

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXT, NPL, XPSP, HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 25.02.2011

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-24	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-24	SI
	Reivindicaciones	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	DENG, W. et al. "Acid-catalysed direct transformation of cellulose into methyl glucosides in methanol at moderate temperatures" Chemical Communications. 6 Febrero 2010, Vol. 46, páginas 2668-2670; páginas 1-3.	06.02.2010
D02	US 4987225 A (HENKEL KGAA)	22.01.1991
D03	US 3450690 A (CORN PRODUCTS CO)	17.06.1969

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento de obtención de surfactantes biodegradables a partir de celulosa y hemicelulosa.

El documento D01 se refiere a la transformación directa de celulosa en metil glucósidos (isómeros α y β) en medio metanol a 195°C y 30 bar, en presencia de $H_3PW_{12}O_{40}$ o resinas Amberlyst-15 como catalizadores ácidos, con un rendimiento del 50-60 %. En este proceso tienen lugar las etapas de hidrólisis y glicosidación simultáneamente (ver páginas 1-3)

El documento D02 divulga un procedimiento de obtención de surfactantes glucosídicos a partir de monosacáridos, o materiales que por hidrólisis dan lugar a los mismos, haciéndolo reaccionar a 80-140 °C de temperatura y en presencia de un catalizador ácido con un alcohol de cadena larga, teniendo lugar la hidrólisis y glicosidación también simultáneamente. (ver columna 3, línea 25 - columna 5, línea 48)

El documento D03 se refiere a la obtención de alquil glucósidos por reacción de celulosa con un alcohol de entre 1 y 8 átomos de carbono, en presencia de un catalizador ácido y a una temperatura comprendida entre 500 y 2000°C. (ver columna 2, líneas 10-61)

Ninguno de los documentos citados en el IET ni ninguna combinación relevante de los mismos divulga un procedimiento de obtención de surfactantes a partir de celulosa en un único reactor en el que se lleve a cabo una primera etapa de hidrólisis de la misma con un líquido iónico y un catalizador, y una segunda etapa de glicosidación con un alcohol que se añade cuando ha tenido lugar entre el 10 y el 80 % de hidrólisis de la celulosa, tal y como se recoge en la reivindicación 1 de la solicitud, con la ventaja asociada de obtener elevadas selectividades al producto de glicosidación en condiciones suaves de presión y temperatura.

En consecuencia, la invención tal y como se recoge en las reivindicaciones 1-24 de la solicitud es nueva e implica actividad inventiva. (Art. 6 y 8 LP)