

Ch/

13



- 1 -

278281

## *Memoria Descriptiva*

*para*

una patente de Invención,  
por veinte años en España,  
*a favor de*

Ladoga S.p.A.

(sociedad italiana)

*residente en*

Viale Abruzzi, 94

Milano (Italia),

*por:*

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ESTERES  
DE XILITA DE ACIDOS GRASOS".

---

INVENTORES: Luciano Nobile y Anteo Poma,  
ambos de nacionalidad italiana.

---

PRIORIDAD: Solicitud patente italiana  
nº 11.350, del 20 de junio de 1961.

---

-o-o-o-



278281

Es conocido que los esterres de ácidos grasos más altos junto con los polialcoholes forman una clase de productos no iónicos que poseen propiedades superficie activas. Se utilizan en particular como agentes emulsionadores para aceites y grasas. Esta clase de productos incluye, por ejemplo, mono- y poli-esterres de los ácidos láurico, palmítico, esteárico, oléico y otros con glicol de etileno, glicerol, sorbitol, manitol y pentaeritritol. Cuando el número de átomos de carbono de la cadena de alcohol polihídrico y su estructura molecular permite la eliminación de una o más moléculas de agua, dando lugar a la formación de anillos de lactona, los productos de la estearificación son esterres parciales de ácidos grasos con mono- y di-anhidro derivados de los alcoholes polihídricos.

El presente invento se refiere a nuevos esterres de ácidos grasos poseyendo 6-30 átomos de carbono, con xilita, un poli-alcohol de cadena recta, conteniendo 5 átomos de carbono. Es conocido que la xilita, cuando se calienta en presencia de catalizadores ácidos o alcalinos, tiende a eliminar una o más moléculas de agua, formando 1,4-anhidroxilita y 1,4,2,5-di-anhidroxilita:





278281

El procedimiento según el invento consiste en calentar 1 mol de xilita con aproximadamente 0,5-1 mol del ácido graso seleccionado durante aproximadamente 2 horas, siendo la temperatura entre 90° á 120° C, realizándose el calentamiento en una atmósfera de gas inerte, tal como nitrógeno y en presencia de un catalizador ácido, sin disolventes. Bajo estas condiciones, el ácido graso reacciona con la xilita eliminando sólo el agua derivada de la esterificación. Si, por contraste, el tiempo de reacción se prolongase más de dos horas, esto dará origen a la formación de agua adicional producida por la ciclización interna de la xilita. En particular, cuando la mezcla de reacción contiene una proporción de 2 moléculas de xilita por una de ácido graso, habrá una formación predominante del mono-ester del ácido graso con xilita.

Una proporción molecular más alta de ácido graso respecto a xilita, por ejemplo, 1 : 1, conduce a mayor formación de poli-esteres tales como el di- y tri-ester. La elección del catalizador ácido de la reacción no es crítica y puede usarse una amplia variedad de ácidos con buenos resultados, tales como ácido sulfúrico, ácido fosfórico, bisulfato sódico, sulfato de aluminio, ácido alquil- ó aril-sulfónico o sus mezclas. Se obtuvieron resultados particularmente satisfactorios utilizando ácido p-tolueno-sulfónico y sus isómeros o- y m-tolueno-sulfónicos. Como se ha indicado arriba, con respecto a los ácidos grasos, pueden utilizarse ventajosamente aquellos que contienen de 6 a 30 átomos de



278281

carbono, bien sea saturados o sin saturar.

Se obtienen productos, que muestran propiedades particularmente importantes, como los ácidos grasos, ácidos láurico, palmítico, esteárico y oléico. Los siguientes ejemplos ilustran el invento sin fijar sus límites:

EJEMPLO 1

Doscientos gramos de ácido láurico (1 mol) y 304 g. de xilita (2 moles) se derriten juntos, con agitación, a 100°C. Después se añade 5 g. de ácido p-tolueno-sulfónico (1% respecto a las sustancias que reaccionan) a la masa derretida y al mismo tiempo se hace pasar en burbujas, nitrógeno a través de la misma. La temperatura se aumenta lentamente y la destilación del agua de reacción comienza a 112°C. La temperatura se mantiene a 114-118°C. durante 2 horas. Después de este periodo, se ha destilado 18 ml. de agua (1 mol).

La masa de reacción enfriada es diluida con benceno, y el exceso, xilita insoluble, se separa por decantación. La solución de benceno se lava con una solución de 1% de bicarbonato potásico para eliminar el catalizador y finalmente con agua pura. La solución lavada se evapora hasta la sequedad y el residuo se disuelve en etanol caliente y se decolora con carbón vegetal. El producto filtrado, a la evaporación, dá 315 g. de un producto blanco que, al análisis, se encuentra que consiste en 73 % de monolaurato de xilita y 27 % de dilaurato de xilita.



278281

EJEMPLO 2

Doscientos cincuenta y seis gramos de ácido palmítico ( 1 mol ) se dejaron reaccionar con 304 g. de xilita (2 moles). Después de derretir la masa (aproximadamente 100° C.), se añade 6 g. de ácido p-toluenosulfónico. La esterificación se realiza como en el ejemplo 1. Después de 2 horas, se recoge 19 ml. de agua de reacción. La masa de reacción se disuelve en benceno; la solución así obtenida se lava con  $\text{KHCO}_3$  acuoso al 10% para separar el catalizador y después con agua pura. Después de evaporar el benceno, el producto se disuelve en aproximadamente 2 litros de etanol en ebullición, y después se enfría a 25°C y se deja reposar a aquella temperatura durante 2 horas. La masa se filtra y el precipitado desecado (250 g.) se encuentra que consiste en 72,4 % de dipalmitato de xilita y 27,60 % de tripalmitato de xilita. El filtrado evaporado a la sequedad da 140 g. de un producto ceroso blanco conteniendo 85,2 % de monopalmitato de xilita y 14,25 % de dipalmitato de xilita dispersible en agua.

EJEMPLO 3.

Doscientos setenta gramos de ácido esteárico comercial (1 mol) se dejan reaccionar, como se describe arriba, con 304 g. (2 mole) de xilita, en presencia de 8,6 g. de ácido p-toluenosulfónico (1,4 % de la masa de reacción).

Después de 2 horas, se recoge 18,5 ml. de agua de reacción. La masa de reacción se purifica, como se describe en el ejemplo 2. De esta manera se obtiene 247 g. de un producto blanco, por cristalización fraccional, conte-



278281

niendo 83,72 % de monoesterato de xilita y 16,07 % de diesterato de xilita, junto con 155 g. de un producto blanco conteniendo 71,15 % de diesterato de xilita y 28,73 % de triesterato de xilita.

EJEMPLO 4

Doscientos ochenta gramos (1 mol) de ácido oléico y 304 g. (2 moles) de xilita, se deja reaccionar de la manera usual, en presencia de ácido p-toluenosulfónico, como ya se ha descrito. Se obtiene 19 ml. de agua después de 2 horas de reacción. La masa de reacción se disuelve en benceno y se lava con 10% de una solución acuosa de  $\text{KHCO}_3$  hasta que desaparece la acidez libre, y después con agua. Después de evaporar el benceno, se obtuvo 411 g. de un producto aceitoso castaño claro que no puede ser cristalizado. El producto es dispersible en agua y contiene 54,3 % de mono-oleato de xilita y 45,4 % de di-oleato de xilita.

....



N O T A

278281

La presente patente de Invención consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para preparar esteres de xilita de ácidos grasos poseyendo 6-30 átomos de carbono, teniendo dichos esteres un elevado número de grupos de hidróxilo, caracterizado por calentar 1 mol de xilita con alrededor de 0,5-1 moles del ácido graso seleccionado a 90-120°C durante alrededor de 2 horas en presencia de un catalizador ácido y en ausencia de oxígeno atmosférico.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido graso utilizado es ácido esteárico.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el ácido graso utilizado es ácido láurico.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido graso utilizado es ácido palmítico.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido graso utilizado es ácido oléico.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador ácido empleado es ácido tolueno-sulfónico.

25 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el catalizador ácido utilizado es ácido p-toluenosulfónico.



270281

8.- Procedimiento para preparar esteres de xilita de ácidos grasos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 13 JUN. 1962

CARLOS ROEB  
P.P.