



281903

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención

por veinte años en España

a favor de

la razón social, LEDOGA S.p.A.

(sociedad italiana)

residente en

Milano (Italia), Via Roberto Lepetit, 8

por:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ESTERES DE XILITOL NO CICLICOS, SUPERFICIE
ACTIVOS, CON ACIDOS GRASOS, CONTENIENDO 6-30 ATOMOS DE CARBONO"

I N V E N T O R E S

Don Luciano Nobile y Don Renato Allegrini
(ambos de nacionalidad italiana)

26



281903

La presente solicitud se refiere a esteres de xilitol no cíclicos. Es conocido que los esteres de ácidos grasos más altos con polialcoholes forman una clase de productos superficie-tensivos no iónicos. En particular, se utilizan los mismos como agentes emulsionantes para aceites y grasas. Esta clase de productos incluye, por ejemplo, mono y poli-esteres de ácidos láurico, palmítico, esteárico oléico y otros ácidos con etileno glicol, glicerol, sorbitol, manitol y pentaeritritol. En el caso, en que el número de átomos de carbono de la cadena de alcohol polihídrico y su configuración molecular permita la eliminación de una o dos moléculas de agua, con la formación de puentes de oxígeno, el resultado final de la esterificación son productos de la esterificación parcial de ácidos grasos con derivados mono y di-anhidro de alcoholes polihídricos. A causa de su muy pobre solubilidad en agua, la aplicación de los productos arriba descritos tiene ciertas limitaciones. Además, estos productos tienen cierto grado de toxicidad, de modo que su uso como aditivos para sustancias alimenticias no es aconsejable, especialmente en dosis altas.

Se ha encontrado que es posible preparar esteres especiales de ácidos grasos, que tienen de 6 a 30 átomos de carbono, con xilitol, un polialcohol conteniendo una cadena recta de 5 átomos de carbono que, a causa de su configuración molecular y del número suficiente de grupos de hidroxilo, tiene la propiedad de dar dos derivados anhidros, es decir, anhidro-xilitol y 1,4 : 2,5-dianhidro-xilitol. Con el procedimiento descrito

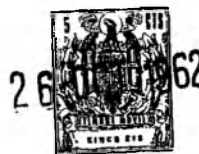


281903

5 en la presente solicitud, los compuestos finales obtenidos son mono y diesteres de ácidos grasos con xilitol, en que este último está presente en la forma no cíclica, es decir, con todos los grupos de hidroxilo libres, obviamente excepto aquellos esterificados con el ácido graso, con el que se ha
10 hecho reaccionar el xilitol. Los productos así obtenidos poseen un grado muy alto de tensión superficial, actividad dispersora y emulsionante y sorprendentemente muestran una muy baja toxicidad, de modo que pueden usarse incluso en dosis elevadas como aditivos para sustancias alimenticias. El procedimiento de la presente solicitud consiste en hacer que un mol de ester de alquilo bajo de un ácido graso con 6-30 átomos de carbono reaccione
15 con tres o más moles de xilitol usando piridina como disolvente y dejando que la reacción tenga lugar en una atmósfera de nitrógeno, a una temperatura situada entre 90° C y 100°C, y una presión de 250-300 mm Hg, durante un periodo de 12 a 24 horas, en presencia de un catalizador alcalino. Después
20 de enfriar, la mezcla se agita con hexano, causando la precipitación del xilitol que no ha reaccionado. El xilitol se separa por filtración y el producto filtrado se concentra a sequedad, recristalizándose el residuo desde un disolvente adecuado, por ejemplo, dicloroetano.

EJEMPLO 1

20 Una mezcla de 456 gm de xilitol, 296 gm de metil oleato, 1500 ml de piridina y 13,5 gm de carbonato de potasio se calienta durante 12 horas a 92-95°C a una presión de 250 mm Hg, en una atmósfera de nitrógeno. Después de enfriar, se añade 1000 ml de hexano, la mezcla se agita durante unos pocos minutos y el xilitol sin reaccionar se separa por
25 filtración. Este xilitol está en forma particularmente pura y puede utilizarse de nuevo como tal para una reacción subsiguiente. El filtrado se concentra a sequedad al vacío y el residuo se recristaliza desde dicloroetano; se ob-



281903

tiene 280 gm de producto con las siguientes propiedades:

número de hidroxilo	475
número de saponificación	144
acidez libre	3%
metil oleato	0,85%

Estos resultados demuestran que el producto contiene aproximadamente 70% de mono-oleato de xilitol y 29% de di-oleato de xilitol. El alto número de hidroxilo revela que el producto no está en una forma cíclica.

EJEMPLO 2

Una mezcla de 456 gm de xilitol, 270 gm de metil palmitato, 1500 ml de piridina y 13,5 gm de carbonato de potasio se calienta durante 15 horas a 92-95°C a una presión de 200 mm Hg, en una atmósfera de nitrógeno. Después de enfriar, se añade 1000 ml de hexano, la mezcla se agita durante algunos minutos y el xilitol sin reaccionar se filtra separándose.

El producto filtrado se concentra a sequedad al vacío y el residuo se reprecipita desde dicloroetano. Se obtiene 220 gm de palmitato de xilitol, poseyendo las siguientes propiedades:

número de hidroxilo	462
número de saponificación	152
acidez libre	1,75%
metil palmitato	0,71%

Estos resultados revelan que el producto no está en la forma cíclica y que contiene aproximadamente 65% de monopalmitato de xilitol y 35% de dipalmitato de xilitol

EJEMPLO 3

Una mezcla de 456 gm de xilitol, 1500 ml de piridina, 214 gm de laurato de metilo y 13,5 gm de carbonato de potasio se calienta



281903

durante 18 horas a 90-95°C a una presión de 250 mm Hg en una atmósfera de nitrógeno. La masa se trata entonces como se describe en los dos ejemplos anteriores. Se obtiene 228 gm de laurato de xilitol poseyendo las siguientes propiedades:

número de hidroxilo	530
número de saponificación	189
acidez libre	0,46%
metil laurato	0,26%

Resulta de estos datos que el producto no es cíclico y contiene aproximadamente 60% de monolaurato de xilitol y 40% de dilaurato de xilitol.



281903

N O T A

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para preparar esteres de xilitol no cíclicos, superficie activos, con ácidos grasos conteniendo 6-30 átomos de carbono, caracterizado por comprender la operación de hacer reaccionar en piridina un ester bajo de alquilo de un ácido graso conteniendo 6-30 átomos de carbono con lo menos tres cantidades equimoleculares de xilitol en presencia de un catalizador alcalino y en una atmósfera de nitrógeno a una temperatura de 90-100°C a una presión de 250-300 mm Hg durante 12-24 horas, tratando la masa de reacción obtenida con hexano, filtrando para separar el xilitol no reaccionado, destilando para separar el disolvente y recristalizando el residuo desde un disolvente.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por comprender la operación de hacer reaccionar en piridina un ester bajo de alquilo de un ácido graso conteniendo 6-30 átomos de carbono con lo menos tres cantidades equimoleculares de xilitol en presencia de un carbonato de potasio y en una atmósfera de nitrógeno a una temperatura de 90-100°C a una presión de 250-300 mm Hg durante 12-24 horas, tratando la masa de reacción obtenida con hexano, filtrando para separar el xilitol no reaccionado, destilando para separar el disolvente y recristalizando el residuo desde dicloroetano.

20

26



281903

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ester bajo de alquilo de ácido graso es palmitato de metilo.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ester bajo de alquilo de ácido graso es oleato de metilo.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ester bajo de alquilo de ácido graso es laurato de metilo.

6.- Procedimiento para preparar esteres de xilitol no cíclicos, superficie activos, con ácidos grasos, conteniendo 6-30 átomos de carbono.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de siete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 26 OCT. 1962

CARLOS ROEB
P. P.