



284038

*Memoria Descriptiva*

*para*

un PRIMER CERTIFICADO DE ADICION, en España,

*a favor de*

la firma LEDOGA, S.p.A.

-sociedad italiana-

*residente en*

MILANO -Italia-

Bia Roberto Lepetit, 8,

*por:*

" MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL NUMERO 281.903 " solicitada por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ESTERES DE XILITOL NO CICLICOS SUPERFICIE ACTIVOS CON ACIDOS GRASOS CONTENIENDO 6-30 ATOMOS DE CARBONO".

Inventores: Luciano NOBILE  
Renato Allegrini -italianos-  
Anteo POMA



1953

284038

El presente certificado de adición se refiere a esteres de xilitol no-cíclicos.

Es conocido que los esteres de ácidos grasos mas elevados con polialcoholes forman una clase de productos no-iónicos superficie-tensivos. En particular se utilizan como agentes emulsionadores para aceites y grasas. Esta clase de productos incluye, por ejemplo, mono- y poli-esteres de ácidos laurico, palmitico, estearico, oleico y otros ácidos con glicol de etileno, glicerol, sorbitol, manitol y pentaeritritol. En el caso de que el numero de átomos de carbono de la cadena de alcohol polihídrico y su configuración molecular permitan la eliminación de una o dos moléculas de agua, con la formación de puentes de oxígeno, el resultado final de la esterificación es producto de la esterificación parcial de ácidos grasos con mono- y di-anhídros derivados 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 elevadas dosis.

Se ha hallado que es posible preparar esteres especiales de ácidos grasos teniendo de 6 a 30 átomos de carbono, con xilitol, un polialcohol conteniendo 5 átomos de carbono de cadena recta, que, a causa de su configuración molecular y del numero suficiente de grupos hidroxilo, tiene la pro-



284038

5  
10  
15  
20  
25

riedad de dar dos derivados anhidros, que son, anhídrido-xilitol y 1,4 : 2,5-di-anhídrido-xilitol. con el procedimiento descrito en el presente certificado de adición, los compuestos finales obtenidos son mono- y di-ésteres de ácidos grasos con xilitol, donde el último está presente en la forma no ciclizada, es decir, con todos los grupos de hidroxilo libres, obviamente con excepción de aquellos esterificados con el ácido graso, con el que se ha hecho reaccionar el xilitol. Los productos así obtenidos poseen un grado muy alto de tensión superficial, actividad dispersadora y emulsionadora y sorprendente - mente una toxicidad muy baja, de modo que pueden utilizarse incluso en dosis altas como aditivos para sustancias alimenticias. El procedimiento según el presente certificado de adición consiste en hacer que un mol de un éster de alquilo más bajo de un ácido graso con 6-30 átomos de carbono reaccione con tres o más moles de xilitol empleando un disolvente de la clase consistente en dimetilformamida y dimetilsulfoxido, y permitiendo que la reacción tenga lugar en una atmósfera de nitrógeno, a una temperatura variando entre 90°C y 100°C, y a una presión de 250-300 mm. Hg, durante un período de 12 a 24 horas, en presencia de un catalizador alcalino. Después de enfriar, la mezcla se agita con hexano, causando precipitación del xilitol no reaccionado. El xilitol es separado por filtración y el filtrado es concentrado a sequedad, recristalizando - se el residuo desde un disolvente adecuado, por ejemplo, dicloroetano.



284038

EJEMPLO -1-

Una mezcla de 912 g. de xilitol (6 moles), 540 g. de metil palmitato (2 moles), 3.000 g. de dimetilformamida y 27 g. 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 destilar separando en vacío la dimetilformamida, el residuo se disuelve en butanol y ciclohexano y la solución se lava con agua para recuperar el exceso de xilitol. Los disolventes son separados y el residuo se recristaliza desde etil acetato o dicloroetano. Rendimiento 540 g. de producto con las siguientes propiedades:

Numero de saponificación	=	152,1
Numero de hidroxilo	=	456,2
ácido palmítico	=	1,56%
palmitato de metilo	=	1,25%
humedad	=	0,18%
monoéster	=	63%
diéster	=	37%

El alto número de hidroxilo demuestra que el producto no está en una forma cíclica.

EJEMPLO -2-

Una mezcla de 456 g. de xilitol (3 moles), 270 g. de metil palmitato (1 mol), 912 g. de dimetilsulfoxido y 13,5 g. de carbonato de potasio se calienta durante 12 ho -



84038

ras a 92-94°C bajo una presión de 250 mm. de Hg. en una atmósfera de nitrógeno. Después de destilar separando en vacío el dimetilsulfoxido, el residuo se disuelve en butanol y ciclohexano. La solución se lava con agua para recuperar el exceso de xilitol y se evapora a sequedad. El residuo se cristaliza desde etil acetato o dicloroetano. Rendimiento 300 g. de un producto que tienen las siguientes propiedades:

Numero de saponificación	=	154,3
numero de hidroxilo	=	457,1
ácido palmítico	=	1,42%
palmitato de metilo	=	1,31%
humedad	=	0,27%
monoéster	=	63,05%
diéster	=	36,5%

---



284038

N O T A

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal numero 281.903, solicitada por " Procedimiento para preparar esteres de xilitol no ciclicos, superficie activos, con acidos grasos, conteniendo 6-30 atomos de carbono", caracterizadas por hacer reaccionar, en un disolvente de la clase consistente en dimetilformamida y dimetil-  
10 sulfoxido, un ester de alquilo mas bajo de un acido graso conteniendo 6-30 atomos de carbono con lo menos tres cantidades equimoleculares de xilitol en la presencia de un catalizador alcalino y en una atmosfera de nitrogeno a una temperatura de 90-100<sup>o</sup>C a una presion de 250-300 mm. Hg durante  
15 12-24 horas, tratando la masa de reaccion obtenida con hexano, filtrando separando el xilitol sin reaccionar, destilando para separar el disolvente y recrystalizando el residuo desde un disolvente.

20 2.- Mejoras segun la reivindicacion 1, caracterizadas porque se hace reaccionar, en un disolvente de la clase consistente en dimetilformamida y dimetilsulfoxido, un ester de alquilo mas bajo de un acido graso conteniendo  
25 6-30 atomos de carbono con lo menos tres cantidades equimoleculares de xilitol en presencia de carbonato de potasio y en una atmosfera de nitrogeno a una temperatura de 90-100<sup>o</sup>C a una



284638

presion de 250-300 mm. Hg durante 12-24 horas, tratando la masa de reaccion obtenida con hexano, filtrando para separar el xilitol sin reaccionar, destilando separando el disolvente y recristalizando el residuo desde dicloroetano.

5 3.- Mejoras segun la reivindicacion 1, caracterizadas porque el ester de alquilo mas bajo de acido graso es metil palmitato.

10 4.- Mejoras segun la reivindicacion 1, caracterizadas porque el ester de alquilo mas bajo de acido graso es metil oleato.

5.- Mejoras segun la reivindicacion 1, caracterizadas porque el ester de alquilo mas bajo de acido graso es metil laurato.

15 6.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal numero 281.905 - solicitada por " Procedimiento para preparar esteres de xilitol no ciclicos superficie activos con acidos grasos conteniendo 6-30 atomos de carbono. "

Segun se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

20 La cual consta de 7 hojas, foliadas y escritas a maquina por una sola de sus caras.

Madrid, 10 Enero 1963.

CARLOS ROEB