

375062

PATENTE DE INVENCION

Case: N.Snell-2.

375062

Memoria Descriptiva



sobre:

Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos
inmiscibles.

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C.

CLASE _____ C-07

SUBCLASE _____ E

Solicitante STATE OF NEBRASKA., entidad norteamericana, residente
en State Home, Lincoln, Nebraska 68509, EE.UU. de A.

EXTRACTO DEL DESCUBRIMIENTO

Se proporciona un procedimiento perfec-
cionado para sintetizar compuestos orgánicos con el
que se lleva a cabo una reacción entre reactivos in-
miscible, cuyo procedimiento comprende el combinar los

5.



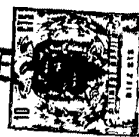
- reactivos inmiscibles en presencia de agua y agentes emulsionantes apropiados para formar una emulsión transparente, y llevar a cabo una reacción entre dichos reactivos inmiscibles para formar un producto de reacción. El perfeccionamiento comprende también un procedimiento en el que se destila agua de la emulsión transparente para formar una microdispersión y se realiza una reacción entre dos reactivos inmiscibles, uno de los cuales se encuentra en forma de partículas sólidas muy finas en dispersión en un medio líquido.
5. Además, se proporciona un procedimiento perfeccionado para la preparación de ésteres de sacarosa que comprende el emplear agua como disolvente para el componente de sacarosa en una emulsión transparente, destilando el agua para formar una microdispersión de sacarosa y haciendo reaccionar las partículas de sacarosa sólidas para formar ésteres de sacarosa de ácidos grasos.
- 10.
- 15.

- Expuesto de un modo general, el objeto del presente invento se refiere a un procedimiento perfeccionado para sintetizar compuestos orgánicos donde los reactivos son insolubles o solo ligeramente solubles entre sí, o sea que consisten en reactivos inmiscibles. De un modo mas particular, el invento se refiere a un procedimiento perfeccionado para sintetizar compuestos orgánicos empleando un sistema de emulsión transparente.
- 20.
- 25.

PRINCIPIOS FUNDAMENTALES DEL INVENTO

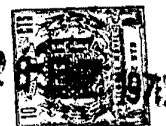
- El descubrimiento del sistema de emulsión transparente que es el objeto de la solicitud
- 30.

375962



-3-

- pendiente estadounidense número de serie 624.718, presentada el 21 de marzo de 1.967, ha resuelto prácticamente muchos de los inconvenientes inherentes ocasionados por reactivos inmiscibles. El inconveniente más notable era la grave limitación impuesta por el número limitado de disolventes mutuos apropiados disponibles para tales reactivos, y a pesar de que se han resuelto muchos inconvenientes, dicho sistema de reacción exige con frecuencia un medio anhidro.
- 5.
10. La utilización de un medio acuoso en un sistema de emulsión transparente ofrece las ventajas que resultarán evidentes si se considera la solubilidad relativa de los reactivos hidrosolubles particulares en disolventes orgánicos, así como el uso final del producto de la reacción.
- 15.
20. En el primer caso, la solubilidad relativa de un reactivo hidrosoluble exigirá con frecuencia la utilización de una mayor cantidad de disolvente orgánico que de agua. Por lo tanto, la reacción comprenderá el uso de recipientes de reacción de mayor tamaño. En segundo lugar, la naturaleza del uso final al que está destinado el producto de reacción, como puede ser su utilización como aditivo alimenticio, limitan la elección de los disolventes o exigen esencialmente la total desaparición del disolvente de los productos de reacción.
- 25.
30. Las ventajas adicionales conseguidas mediante el uso de un medio acuoso se refieren a la naturaleza y estabilidad de los productos de la reacción. Consideremos que en la preparación o recuperación de



un producto de reacción el disolvente orgánico particular empleado debe destilarse con frecuencia. Por lo tanto, en aquellos casos en que el producto de reacción es técnicamente inestable, las temperaturas elevadas que pueden ser necesarias para destilar un disolvente orgánico pueden producir la degradación del producto de la reacción.

El presente invento representa la culminación de una larga serie de investigaciones, realizadas en gran escala por los inventores, y encaminadas a perfeccionar el sistema de emulsión transparente.

Por consiguiente, el presente invento tiene como principal objeto el proporcionar un sistema de emulsión transparente perfeccionado para sintetizar compuestos orgánicos.

Otro objeto adicional de este invento es proporcionar un procedimiento en el que se reduce la cantidad de masa de reacción del sistema de emulsión transparente cuando se emplea un reactivo hidrosoluble.

Otro objeto mas de este invento es proporcionar un procedimiento por el que se puede separar fácilmente un disolvente del producto de la reacción.

Por lo tanto, en líneas generales, este invento tiene por objeto proporcionar un procedimiento para sintetizar compuestos orgánicos empleando un sistema de emulsión transparente en el que se utiliza agua en lugar de un disolvente orgánico para disolver un reactivo inmiscible hidrosoluble.

Otros objetos y ventajas adicionales del

-5-375002



- invento se expondrán en parte en la descripción que sigue y en parte resultarán evidentes por dicha descripción, o bien se pueden observar al llevar a la práctica el invento, consiguiéndose dichos objetos y ventajas por los procedimientos, métodos, medios y combinaciones indicados de un modo particular en las reivindicaciones adjuntas.
- 5.

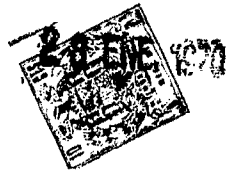
EL INVENTO

- Para conseguir los objetos anteriores y de acuerdo con su finalidad, según se incorpora en la presente Memoria y se describe en términos generales, el presente invento se refiere a un procedimiento de síntesis orgánica que se realiza entre reactivos inmiscibles, cuyo procedimiento comprende el combinar los reactivos inmiscibles en presencia de agua y agentes emulsionantes apropiados para formar una emulsión transparente y llevar a cabo la reacción entre dichos reactivos inmiscibles para formar un producto de reacción.
- 10.
- 15.

- El presente invento proporciona además un procedimiento perfeccionado para preparar ésteres de sacarosa.
- 20.

- El invento consiste en los nuevos procedimientos, métodos, etapas y perfeccionamientos descritos e ilustrados en la presente Memoria.
- 25.

- Se comprenderá que tanto las descripciones generales como las descripciones detalladas que siguen se exponen a título de ejemplo y explicación solamente y no como limitación al alcance del invento.
- 30.



- Por consiguiente, el presente invento proporciona un procedimiento perfeccionado para sintetizar compuestos orgánicos caracterizado porque se utiliza un sistema de emulsión transparente. El descubrimiento del presente invento mejora sensiblemente el sistema de emulsión transparente para síntesis orgánica, al par que reduce materialmente los costos de producción simplificando el proceso de elaboración y permitiendo el empleo de agua como disolvente para un reactivo hidrosoluble.
- Adicionalmente, el presente invento proporciona también un procedimiento perfeccionado para sintetizar esteres de sacarosa.
- El invento encuentra una utilidad particular en aquellas reacciones en las que uno de los reactivos es un electrolito inorgánico, hidrosoluble y no apreciablemente soluble en un disolvente orgánico, y el segundo reactivo es un compuesto orgánico que no es especialmente hidrosoluble.
- Expuesto en términos generales, la forma de llevar a cabo el presente invento es la siguiente:
- Los reactivos se combinan en presencia de agua y un sistema emulsionante idóneo para formar una emulsión transparente. Si el agua no interfiere en la reacción, la reacción se lleva a cabo del mismo modo que se llevaría si los reactivos fueran miscibles, o si se disolvieran en un disolvente mutuo. Si el agua interfiere en la reacción, se destila el agua y la reacción se lleva a cabo entonces del modo normal. Por lo tanto, se puede añadir un catalizador y suministrarse calor para hacer más rápida la reacción.

375302

28 ENE

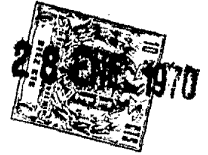


-7-

Las velocidades de reacción son del mismo orden general en emulsiones transparentes o en microdispersiones que en las reacciones de solución homogénea. Por el contrario, las mismas reacciones que comprenden reactivos inmiscibles que se llevan a cabo en emulsiones opacas normales son en general demasiado lentas para que resulten prácticas.

La diferencia en las velocidades de reacción entre emulsiones transparentes y opacas se debe al tamaño de las gotitas dispersadas. Consideremos que el diámetro de las gotitas dispersadas en una emulsión opaca normal es normalmente del orden de varias micras, o expuesto de otra manera, del orden de cien veces mayores que las gotitas en emulsiones transparentes donde dichas gotitas tienen un diámetro inferior a 0,05 micras. Una reacción entre reactivos situados enteramente en fases diferentes de una emulsión puede ocurrir solamente en la zona interfacial o superficie de contacto formada por las gotitas y la fase continua. Por lo tanto, el hecho de que solamente una proporción muy pequeña de moléculas reactivas de la fase en dispersión se encuentre presente en la zona interfacial de una emulsión opaca normal, como contraposición a una emulsión transparente, indica la susceptibilidad de que haya una apreciable diferencia en las velocidades de reacción.

Se observará en este punto que a pesar de que puede prepararse una emulsión transparente que contenga gotitas de gran tamaño de la fase dispersada empleando líquidos inmiscibles que tengan el mismo in-



dice de refracción, el uso de tales emulsiones no está comprendido en la práctica de este invento. Esto se debe al hecho de que un requisito esencial del presente invento es que las gotitas emulsionadas sean de pequeño tamaño.

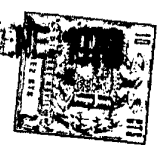
5. La temperatura a la que una emulsión es transparente se debe a una variedad de factores, tales como los agentes emulsionantes particulares empleados así como los propios reactivos, por nombrar solo algunos factores.

10. El sistema de emulsión empleado en el presente invento puede caracterizarse como una emulsión transparente o como una microemulsión. Ambos términos se refieren a emulsiones con diámetros de gotitas inferiores a un cuarto de la longitud de onda de la luz. Los sistemas de emulsión pueden denominarse también sistemas solubilizados. Según este concepto, el agente emulsionante que se utiliza para formar la emulsión transparente o sistema solubilizado se encuentra presente en forma de aglomeraciones submicroscópicas llamadas coloides micelares, y la fase interna se disuelve o solubiliza dentro de los coloides micelares. No obstante, actualmente no se dispone de un modo fácil de distinguir entre una microemulsión o aquella en la que la fase interna está solubilizada dentro de coloides micelares.

20. Las publicaciones que se indican a continuación explican la teoría y condiciones en las que se forman emulsiones transparentes: J.H. Shulman y J.B. Montague, Ann. N.Y. Acad. Sci., 92 (art. 2),


30.

375962



366 (1961); J.E. Bowcott y J.H. Shulman, Z.Elektrochem., 59, 283 (1.955); J.H. Shulman, W. Stoeckenius, y L.J. Prince, J.Phys. Chem. 63, 1677 (1959); L.I. Osipow, J.Soc. Cosmetic Chemists. XIV, 277 (1.963).

5. En lugar de formar una emulsión transparente directamente con los reactivos, los reactivos se pueden disolver en disolventes por separado para obtener dos soluciones inmiscibles que después se emulsionan para formar una emulsión transparente.
10. Así, resultará fácilmente evidente por lo expuesto que una característica esencial del invento es la formación de una emulsión transparente. En algunos casos, es necesario también destilar el disolvente que se ha añadido para disolver uno de los reactivos y al hacerlo así, formar una microdispersión de dicho reactivo en el resto de la mezcla de la reacción.
15. Según se indicó anteriormente, las condiciones teóricas para la formación de emulsiones transparentes son ya conocidas. En general, se necesitan de un 10 a un 40% de agentes emulsionantes para la formación de una emulsión transparente. Se puede utilizar cualquiera dentro de una amplia variedad de sistemas emulsionantes para formar emulsiones transparentes. Los agentes emulsionantes que se pueden utilizar en
20. estos sistemas comprenden agentes no-iónicos, aniónicos y catiónicos.
25. Una modalidad adicional del invento consiste en el descubrimiento de un procedimiento perfeccionado para preparar ésteres de sacarosa. Expuesto en términos generales, la forma de llevar a cabo esta
- 30.

28 

375062
-10-

modalidad adicional del invento es la siguiente:

5. La reacción entre sacarosa y el éster de ácido graso con 12 a 22 átomos de carbono tiene lugar entre el éster y la sacarosa sólida que tiene un tamaño de partícula muy fino, o sea, en la magnitud de menos de una micra de diámetro, en presencia de un catalizador alcalino.

10. En esencia, el éster se combina con sacarosa, suficiente agua para disolver la sacarosa, y un agente emulsionante o combinación de agentes emulsionantes. Se forma la emulsión transparente y se destila el agua formando una dispersión que comprende sacarosa sólida finamente dividida, el éster y el agente emulsionante. Después de haberse eliminado esencialmente toda el agua, se añade un catalizador alcalino y se agita la masa de la reacción a una temperatura elevada.

15. En aquellos casos en que el éster de ácido graso empleado sea un éster de alcohol volátil, o sea metanol y etanol, la masa de la reacción se mantiene en vacío después de la eliminación del agua. La finalidad del vacío es la de destilar el producto de reacción de alcohol volátil y completar de este modo la reacción. En estas condiciones, todo el éster del ácido graso del alcohol volátil se convierte en ésteres de sacarosa del ácido graso.

20. Por el contrario, en aquellos casos en que el ester de ácido graso empleado sea un ester de un alcohol no volátil, como son los alcoholes de sebo y aceite vegetal, la utilización de vacío después de la

25.

30.

28 ENE 1910

375962

-11-

- eliminación de agua es innecesaria puesto que dichos materiales, como es por ejemplo la glicerina, no se eliminan en un grado notable por destilación. La aplicación de calor después de añadir el catalizador alcalino aumenta la velocidad de equilibrio entre la sacarosa y el sebo, por ejemplo, para formar un producto final que comprende una mezcla completa de mono-di-tri-ésteres de glicerilo y mono-di- y ésteres superiores de sacarosa de los ácidos grasos de sebo.
- 5.
10. Una práctica de preferencia del invento consiste en emplear agentes emulsionantes que sean prácticamente iguales a los productos de la reacción. Por lo tanto, se empleará estearato de sacarosa como emulsionante en una reacción de sacarosa, estearato de metilo.
15. Una ilustración adicional de este punto sería la utilización de una mezcla de sacarosa y ésteres de glicerilo de ácido esteárico como emulsionante en una reacción de sacarosa, triestearato de glicerilo. Esta práctica tiene una importancia particular cuando se considera
20. en una producción a escala industrial, puesto que al final de la reacción una parte del producto de la reacción se retiene para ser utilizada como emulsionante para la reacción siguiente. Se consiguen ventajas adicionales relativas a ahorros sustanciales en los costos de producción porque es innecesaria la purificación del producto de reacción para eliminar el emulsionante. No obstante, esto no es siempre posible y en ocasiones es necesario incluir agentes emulsionadores que no sean similares a los productos de la reacción.
- 25.
30. Se ha descubierto también que se obtienen



mayores rendimientos en éster de sacarosa cuando se forma una emulsión transparente entre el éster y la solución de sacarosa acuosa y dicha emulsión se mantiene transparente durante la destilación del agua.

5. Una emulsión opaca dará por resultado menores rendimientos en éster producido.

10. Los factores que efectúan la transparencia de un sistema de reacción de emulsión transparente en la preparación de ésteres de sacarosa son también la naturaleza y concentración del agente emulsionante, así como la temperatura a la que se destila el agua. Para formar una emulsión transparente, la cadena de hidrocarburos de uno por lo menos de los agentes emulsionantes utilizados deberá ser por lo menos tan larga como la cadena de hidrocarburos del reactivo de éster de ácido graso. Esta condición se cumple automáticamente cuando una parte del producto de la reacción se utiliza como agente emulsionante en una mezcla de reacción subsiguiente. La concentración del agente emulsionante y la temperatura a la que se forma la emulsión transparente son como sigue: en general, se ha averiguado que son útiles las concentraciones de aproximadamente un 10 a un 40% basado en el peso total de la masa de la reacción y las temperaturas de 25 a 100°C.
- 15.
- 20.
- 25.

30. El procedimiento que se indica a continuación es ilustrativo de un modo preferente para preparar ésteres de sacarosa según el presente invento; el éster de ácido graso apropiado se combina con sacarosa, agua suficiente para disolver la sacarosa y de



375962

- un 10 a un 40% de un agente emulsionante que corresponda a una mezcla del producto final de la reacción y jabón. Todas las concentraciones anteriores están basadas en el peso de la masa de la reacción y la relación de éster de ácido graso a sacarosa depende del producto final de la reacción particular y generalmente es el equivalente de 1:3 a 3:1.
5. La composición anterior se calienta a una temperatura de aproximadamente 95°C para disolver el azúcar y la temperatura se ajusta después para obtener una emulsión con la mayor transparencia, se destila el agua a dicha temperatura ajustada empleando vacío. La temperatura ajustada puede elevarse durante los últimos estadios de la destilación para asegurar una eliminación completa del agua.
10. En este punto de la reacción se habrá formado muy poco éster de sacarosa si es que se ha formado algo. Se añade un catalizador alcalino, por ejemplo carbonato potásico, y se calienta la masa de la reacción a una temperatura del orden de 60 a 200°C para efectuar la conversión al éster de sacarosa. La velocidad de la reacción aumenta con el aumento en temperatura. La temperatura preferible para la reacción es del orden de 90 a 160°C. En aquellos casos en que el reactivo de éster sea un éster de un alcohol volátil, se practica un vacío durante el calentamiento para eliminar el alcohol producido junto con el éster de sacarosa. Se ha hallado satisfactoria una cantidad de aproximadamente un 0,5 a un 1% del catalizador alcalino en exceso a cualquier ácido graso libre presente.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

375962

-14-



- Esta modalidad adicional para preparar esteres de sacarosa tiene como objeto principal la formación de partículas sólidas suficientemente pequeñas de sacarosa cuando se elimina el agua. El pequeño tamaño de partícula es necesario para la ulterior reacción de transesterificación. Por lo tanto, la formación de una emulsión transparente seguida por la destilación de agua da por resultado partículas de sacarosa que tienen un diámetro menor a una micra. No obstante, se ha descubierto también que la formación inicial de emulsión transparente puede evitarse. En esencia, el descubrimiento consiste en combinar la sacarosa, agua y agente emulsionante en ausencia del éster de ácido graso. La solución se calienta y el agua se destila. Se cree que el mecanismo de la reacción comprende la interferencia del desarrollo cristalino de la sacarosa por el agente emulsionante. Las partículas de sacarosa resultantes, junto con el agente emulsionante, se dispersan en el reactivo de éster y entonces se añade el catalizador. La masa de reacción se calienta y da por resultado un éster de sacarosa.

- Para determinar las condiciones necesarias para la formación de una emulsión transparente, se emplea los conocimientos de técnicas anteriores al invento. Así, según la teoría, es necesario emplear un sistema emulsionante que de una interfase condensada entre el éster graso y la fase acuosa. Si ésta interfase condensada es líquida, los coloides micelares laminares que se forman por la acción del emulsio-

375962



-15-

- nante son incapaces de absorber la fase éster graso o la fase acuosa y se esponjan casi sin límite. Esta es la condición necesaria para la formación de una microemulsión. Si la interfase condensada no es una interfase líquida, sino que se encuentra mas condensada, no se formará una microemulsión.
- 5.

- Se puede llegar a las condiciones necesarias para una microemulsión de diversos modos. Un procedimiento común es emplear una combinación de un agente tensioactivo aniónico con un compuesto de hidrocarburos polar de cadena larga hidrosoluble, como es un alcohol o un esteroil graso. Se sabe que esta combinación da una interfase condensada pero que es demasiado condensada a la temperatura del ambiente para formar una emulsión transparente. No obstante, la interfase puede dilatarse a una interfase líquida añadiendo un alcohol de cadena media, que tenga de 5 a 8 átomos de carbono en la cadena. La elevación de la temperatura puede producir el mismo efecto que la adición de un alcohol de cadena media.
- 10.
- 15.
- 20.

- En la preparación de ésteres de sacarosa supone una ventaja el emplear productos de reacción de ésteres de sacarosa como emulsionante principal. Se sabe que los ésteres de sacarosa forman interfases condensadas en combinación con agentes tensioactivos aniónicos. (Véase "Effect of Water-Soluble and Water-Insoluble Long Chain polar Additives on Micellar Solutions of Sodium Dodecylbenzene Sulfonate") ("Efecto de Aditivos Polares de Cadena Larga Hidrosolubles e Hidrosolubles sobre Soluciones Micelares de Dodecylbenzene
- 25.
- 30.

375062

28 ENE 1971



-16-

- Sulfonato sódico"), Osipow, L.I., y Snell, F.D.J. American Oil Chemists' Society 38, 595-7, Nov. 1961).
- Por lo tanto, la combinación de éster de sacarosa y agente tensioactivo aniónico puede emplearse como sistema emulsionante básico. Se combinan con el reactivo de éster graso y una solución concentrada de sacarosa en agua. Diferentes partes de la composición se mantienen a diversas temperaturas para determinar la temperatura a la que se forma la emulsión transparente que no forma capa al quedar en reposo. Dicha temperatura es la temperatura a la que deberá destilarse el agua. Si no se forma una microemulsión, se deberán explorar otras concentraciones y proporciones de emulsionante.
- 5.
- 10.

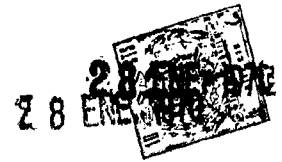
- Los ejemplos que siguen se exponen con fines ilustrativos y pueden comprender características particulares del invento. No obstante, no deberán interpretarse los ejemplos como indicación del alcance del invento, puesto que se pueden efectuar muchas combinaciones en los mismos sin desviarse del espíritu o alcance del mismo.
- 15.
- 20.

Ejemplo I -

Preparación del sulfonato.

- Este ejemplo demuestra otro método para formar una microemulsión. Un agente tensioactivo aniónico es el único agente emulsionante empleado y la presencia de un electrolito reprime la ionización del agente tensioactivo aniónico dando por resultado una interfase condensada. El sistema se valora hasta la transparencia con un alcohol de cadena media, que en este caso es 2-etil-1,3-hexanodiol.
- 25.
- 30.

375062



-17-

Una alfa-olefina se convierte en el sulfonato utilizando el procedimiento de microemulsión. Los materiales que se indican a continuación se depositan en un matraz de tres cuellos equipado con medios de calentamiento, agitación y destilación al vacío:

5.	Hexadeceno-1	43,6 g
	Octadecilsulfonato sódico	60,0 g
	2-etilo-1,3-hexanodiol	48,0 g
	Disulfito sódico	21,0 g
10.	Perbenzoato de butilo terciario	1,0 g
	Agua	160,0 ml.

La mezcla de la reacción forma una emulsión transparente cuando se calienta a 70-95°C. Se mantiene a 90-95°C por espacio de cuatro horas, mientras se agita la mezcla. La emulsión permanece transparente en toda la reacción.

Parte del agua y componentes orgánicos volátiles se eliminan por destilación a 100°C. Se hace descender gradualmente la presión en el matraz de reacción a 5 mm. Hg. mientras se mantiene una temperatura de 90-95°C durante la destilación para eliminar el resto del agua. El análisis de los productos residuales demostró que el 76,5% del hexadeceno había reaccionado para formar hexadecilsulfonato sódico.

25. Ejemplo II -

Preparación de ácido dihidroxiesteárico.

30. Se oxida ácido oleico a ácido dihidroxiesteárico con permanganato de potasio utilizando el procedimiento de microemulsión. Se forma una microemulsión combinando los compuestos siguientes, en un



vaso:

	Acido oleico	25 g
	Alcohol de lanolina, 40 moles de aditivo de óxido de etileno	50 g
5.	Agua	5 ml.

Con la microemulsión a 65°C, se añadieron lentamente 24 g de permanganato potásico disueltos en 100 ml. de agua a 70°C. en un período de una hora mientras se agitaba la mezcla vigorosamente. La oxidación se produjo rápidamente con la formación de dióxido de manganeso insoluble.

Se añadió un litro de etanol a la mezcla, y se separó el dióxido de manganeso por filtración. Se ajustó el filtrado a un pH de 5 con ácido sulfúrico diluido y se evaporó hasta un volumen de 150-200 ml. Se separó una capa semisólida superior del concentrado, y se recristalizó tres veces en acetato de etilo. Se recuperó un total de 14,6 gr. de ácido dihidroxiesteárico que fundía entre 88 y 91°C.

20. Ejemplo III -

Preparación de acetal.

Se preparó un acetal de alcohol laurílico y dextrosa utilizando el procedimiento de microemulsión. Se empleó una relación molar de 2:1 de alcohol laurílico a dextrosa, consistiendo la mezcla de reacción en lo siguiente:

	Alcohol laurílico	64,4 g
	Dextrosa	36,0 g
	Agua	30,0 ml
30.	Alcohol de lanolina, 40 moles de aditivo de óxido de etileno	60,0 g

375962



-19-

Acido dodecibenceno sulfónico 6,0 g

- Después de disolver el catalizador de ácido sulfúrico en una parte de alcohol de lanolina etoxilado, se combinaron los materiales en un ma-
5. traz de tres cuellos equipado con medios de calentamiento, agitación y destilación al vacío. La mezcla se calentó inicialmente a 95-100°C para disolver los componentes y formar una emulsión transparente. Después se enfrió el sistema entre 70 y 75°C. y se practicó vacío para destilar el agua. La emulsión permaneció transparente a lo largo de la emulsión. Cuando parecía ser que todo el agua se había eliminado, se elevó la temperatura a 100°C y se ajustó el vacío a
10. 4 mm Hg y se mantuvo en estas condiciones durante cuatro
15. horas. La composición se agitó vigorosamente en todo el período de la reacción. El análisis mostró que el 41,3% de la dextrosa había reaccionado para formar el acetal.

Ejemplo IV -

20. Preparación de éster de sacarosa.

Este ejemplo ilustra la preparación de un éster de sacarosa mezclado de ácidos esteárico y palmítico. Se empleó monoestearato de sacarosa como agente emulsionante en combinación con una cantidad

25. muy pequeña de estearato sódico. Anteriormente se había establecido que esta combinación diera por resultado una emulsión transparente.

Se emplearon aproximadamente cantidades equimolares de sacarosa y una mezcla de igual peso de estearato de metilo y palmitato de metilo en la si-

30.



guiente mezcla de reacción:

	Sacarosa	80,4 g
	Agua	166,8 ml
	Monoestearato de sacarosa	40,5 g
5.	Estearato sódico	12,3 g
	Estearato de metilo, palmitato de metilo (50:50)	75,0 g

- Los materiales se combinaron en un matraz de tres cuellos equipado con medios de calentamiento, agitación y destilación al vacío. La mezcla se calentó con agitación a 85°C para disolver el azúcar y formar la emulsión. Mientras se mantenía la emulsión a 80-85°C, se practicó vacío y se eliminó el agua por destilación. La última parte del agua se eliminó a 90°C y una presión de 4 mm Hg.

- La emulsión mostró inicialmente una cierta claridad óptica u opalescencia en el matraz, pero aumentó en transparencia después de haberse destilado aproximadamente 50 ml. del agua. A medida que se eliminaba agua adicional aumentaba la viscosidad hasta alcanzar una consistencia semejante al gel.

- Después de la total eliminación del agua, se añadieron 0,75 g de carbonato potásico anhidro y se ajustó la masa durante cuatro horas y media, mientras se mantenía a 90°C y una presión de 3 mm de Hg.

- Se sacó una parte de la composición y se volvió a calentar la masa de la reacción al vacío con agitación. Se sacaron partes adicionales al cabo de 45 minutos a 150°C y después se volvieron a sacar mas

375962



-21-

partes al cabo de 90 minutos de haber calentado la mezcla a 158°C.

- Se analizaron las tres partes empleando cromatografía de capa delgada. Los resultados demostraron que al cabo de cuatro horas y media a 90°C.
5. aproximadamente el 25% del ester de metilo se había convertido en diéster de sacarosa y ésteres superiores de sacarosa. Al cabo de 45 minutos a 150°C, prácticamente todo el ester de metilo se había convertido en ester de sacarosa. La masa de la reacción contenía aproximadamente cantidades iguales de monoésteres de sacarosa y ésteres superiores de sacarosa.
- 10.

- El calentamiento adicional a 158°C no produjo ningún cambio adicional en la composición de la mezcla de la reacción.
- 15.

Ejemplo V -

Preparación del ester de sacarosa.

- Este ejemplo ilustra también la preparación de un éster de sacarosa mezclado de ácidos esteárico y palmítico. Difiere del ejemplo 4 en el sentido de que no se forma una emulsión en ningún estadio de la preparación de los ester de sacarosa. Se utilizaron las mismas cantidades de todos los componentes que en el ejemplo IV. Inicialmente se combinaron los componentes que se indican a continuación:
- 20.
- 25.

Sacarosa	80,4 g
Agua	166,8 ml
Monoestearato de sacarosa	40,5 g
Estearato sódico	12,3 g

30. Los ésteres de metilo no se introdujeron



5. en este punto. La sacarosa y emulsionante se disolvieron en agua en un matraz de tres cuellos equipado con medios de calentamiento, agitación y destilación al vacío. Después se eliminó agua por destilación como en el ejemplo IV.

10. La apariencia de la masa es totalmente similar a la del ejemplo IV. La solución era inicialmente algo opalescente, pero se volvió transparente después de haberse destilado 50 ml. de agua. La formación de espuma fue mayor que en el ejemplo anterior y se añadieron unas cuantas gotas de producto de sílica contra la formación de espuma. La agitación fue algo más difícil a medida que se eliminaba la última parte del agua.

15. Después de haberse eliminado toda el agua por destilación al vacío, se combinaron 75,0 g de una mezcla de peso igual de estearato de metilo y palmitato de metilo y 0,75 g de carbonato potásico anhidro con la mezcla de sacarosa y emulsionante.

20. Después se calentó la masa agitándola, exactamente con las mismas condiciones que en el ejemplo 4 (Seguido de la adición de carbonato potásico).

25. El análisis por cromatografía de capa delgada dio esencialmente los mismos resultados que se había obtenido en el ejemplo IV.

30. El calentamiento durante 45 minutos a 150°C dió por resultado la conversión prácticamente completa de los ésteres de metilo a ésteres de sacarosa mezclados. Aunque el invento se ha descrito e ilustrado haciendo referencia a modalidades parti-

375962

28



-23-

5. culares del mismo, se comprenderá que en sus aspectos mas generales el invento no queda limitado a dichas modalidades y que se pueden efectuar variaciones y sustituciones de los equivalentes citados dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica Ser Nº 794.793 de 28 de enero de 1.969
15. acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: PROCEDIMIENTO PARA LA REACCION DE
20. COMPUESTOS ORGANICOS INMISCIBLES; caracterizándose por lo siguiente:

25. 1ª - Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos inmiscibles, caracterizado porque comprende el combinar los reactivos inmiscibles, uno de los cuales es hidrosoluble en presencia de agua y agentes emulsionantes apropiados para formar una emulsión transparente y llevar a cabo una reacción entre dichos reactivos inmiscibles para formar un producto de reacción.

30. 2ª - Procedimiento según la reivindicación



ción 1, caracterizado porque el producto de reacción se recupera.

5. 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes emulsionantes están presentes en una concentración de aproximadamente un 10 a un 40% basado en el peso total de la composición.

10. 4ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la emulsión se calienta a medida que progresa la reacción.

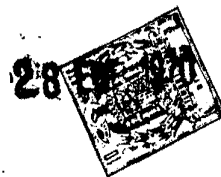
5ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la emulsión transparente se forma a una temperatura de aproximadamente 25 a 100°C.

15. 6ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque cada uno de los reactivos se disuelve en disolventes separados empleando agua como disolvente para el reactivo hidrosoluble, por lo que se obtienen dos soluciones inmiscibles
20. que se emulsionan para formar una emulsión transparente.

7ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los reactivos son líquidos.

25. 8ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque un reactivo es un líquido y el otro es un sólido a la temperatura de reacción.

30. 9ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque un reactivo es hidrosoluble y el otro es hidrosoluble y este último reactivo

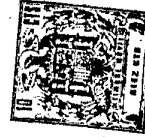


se disuelve en agua.

5. 10ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende: disolver sacarosa en agua y combinar dicha solución con ésteres de ácido graso con 12 a 22 átomos de carbono, en presencia de agentes emulsionantes apropiados para formar una emulsión transparente, eliminando el agua de la emulsión y añadiendo un catalizador alcalino al residuo de la emulsión transparente.
10. 11ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el residuo remanente de la emulsión transparente se agita y se calienta después de haber añadido catalizador alcalino.
15. 12ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el residuo de la emulsión transparente se somete a vacío después de la eliminación de agua.
20. 13ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el agente emulsionante empleado es igual que el producto de la reacción.
25. 14ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la emulsión transparente se mantiene durante la eliminación de agua.
30. 15ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la concentración del agente emulsionante es de aproximadamente un 15 a un 35% basado en el peso total de la emulsión transparente.
- 16ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la temperatura a la que se forma la emulsión transparente es del orden de 25

28 ENE 1970

375962



-26-

a 100°C.

5. 17ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque las partículas sólidas de sacarosa que permanecen después de la eliminación de agua tienen predominantemente un diámetro inferior a una micra.

10. 18ª - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la sacarosa se disuelve en agua y se añade en un agente emulsionante apropiado a la emulsión, después se elimina agua de dicha solución formando partículas de sacarosa sólidas que tienen predominantemente un diámetro inferior a una micra, y se hacen reaccionar dichas partículas de sacarosa con el ester de ácido graso.

15. 19ª - Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos inmiscibles, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 ENE. 1970

STATE OF NEBRASKA.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI

p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz