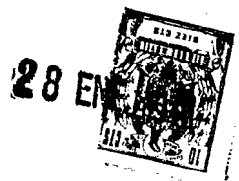


375965

PATENTE DE INTRODUCCION

EXPOSICION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
C.07
SUBCLASE C

Case: N.Snell-1A.



Memoria Descriptiva

sobre:

375965

Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos
inmiscibles.

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

Este invento se refiere a un procedimiento
para síntesis orgánica.

EXTRACTO.

Este invento se refiere a un procedimiento
5. perfeccionado para la síntesis de compuestos orgánicos

37506528



en el que los reactivos son insolubles o solo ligeramente solubles entre sí.

5. Dicho procedimiento comprende formar una emulsión transparente que contiene reactivos inmiscibles y mantener la emulsión transparente en condiciones apropiadas para permitir que tenga lugar la reacción entre los reactivos inmiscibles.

10. Esta solicitud es una continuación en parte de la solicitud estadounidense número de serie 540.505, presentada el 6 de abril de 1.966.

15. El procedimiento de este invento es aplicable en particular a la producción de agentes tensioactivos no-iónicos, donde un reactivo es predominantemente hidrófobo y el otro predominantemente hidrófilo. Se pueden citar como ejemplos de tales agentes tensioactivos no-iónicos que pueden producirse con facilidad utilizando el procedimiento de este invento los ésteres de glicerilo, sacarosa y rafinosa de ácidos grasos de cadena larga, como son el monoestearato de glicerilo, monooleato de sacarosa, diestearato de sacarosa y dioleato de rafinosa.

20. Los objetos y ventajas del invento se expondrán en parte mas adelante y en parte resultarán evidentes en el curso de la descripción, o bien pueden aprenderse mediante la práctica del invento, consiguiéndose los mismos por medio de las operaciones y métodos indicados en las reivindicaciones adjuntas.

25. El invento consiste en las operaciones y métodos de novedad ilustrados y descritos en la presente Memoria.
- 30.

375965

28



Un objeto de este invento es proporcionar un procedimiento perfeccionado de síntesis orgánica.

5. Un objeto adicional de este invento es proporcionar un procedimiento de síntesis orgánica perfeccionado para llevar a cabo una reacción entre dos reactivos inmiscibles.

10. Otro objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para la síntesis de compuestos orgánicos que evita el uso de disolventes tóxicos y costosos. Por ejemplo, en la manufactura de los ésteres de sacarosa de ácidos grasos de cadena larga (12-22 átomos de carbono) la práctica ha sido el utilizar un disolvente mútuo para los ésteres de sacarosa y de metilo de estos ácidos grasos. Los disolventes idóneos comprenden dimetilformamida, formamida y dimetilsulfóxido. La comercialización de estos ésteres de sacarosa ha quedado limitada en parte porque las pérdidas de estos costosos disolventes durante la elaboración se suman sensiblemente a los costos de manufactura, y en parte debido a que permanecen trazas de disolvente en los productos de éster de sacarosa por lo que no son idóneos para ser utilizados como emulsionantes de productos alimenticios.
- 15.
- 20.

25. Un objeto adicional de este invento es proporcionar una síntesis orgánica que no está limitada por el grado de solubilidad de un reactivo en el otro. Un ejemplo se refiere a la manufactura de monoestearato de glicerilo. La reacción se realiza generalmente calentando glicerina con un triglicérido y un catalizador a 200-250°C. La glicerina es esencial-
- 30.



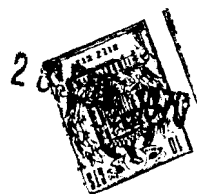
- mente insoluble en los triglicéridos de ácidos grasos de cadena larga (12-22 átomos de carbono) a la temperatura ambiente, pero la solubilidad aumenta a medida que se eleva la temperatura. A temperaturas ligeramente superiores a 200-250°C, se produce una descomposición excesiva de glicerina. Esta reacción prosigue hasta el equilibrio y el producto es una mezcla de monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos. Cuanto mayor sea la cantidad de glicerina que se disuelve en el triglicérido, tanto mayor es la proporción de monoglicérido formado. Debido a las limitaciones relativas a la cantidad de glicerina que se pueden disolver, el producto de la reacción contiene generalmente tan solo un 50% aproximadamente de monoglicérido. Por el contrario, se puede obtener convenientemente un 75% aproximadamente de monoglicérido empleando el procedimiento de nuestro invento.

- Otros objetos adicionales de este invento son el proporcionar una síntesis orgánica perfeccionada para la obtención de productos con gran rendimiento a un bajo costo y sin una degradación excesiva de los reactivos.

- Se ha averiguado que los objetos de este invento pueden conseguirse formando una emulsión transparente que contenga reactivos inmiscibles y manteniendo la emulsión transparente en condiciones apropiadas para permitir que tenga lugar la reacción entre los reactivos inmiscibles. El término "emulsión transparente" según se utiliza en la presente Memoria se refiere al hecho de que el diámetro de las gotitas de la

375965

-5-



- fase en dispersión es menor que un cuarto de la longitud de onda de la luz. Como consecuencia del pequeño tamaño de las gotitas, la emulsión es transparente. Se observará que también se pueden preparar emulsiones transparentes que contengan gotitas de gran tamaño de la fase en dispersión utilizando líquidos inmiscibles que tengan el mismo índice de refracción. No obstante, el uso de tales emulsiones no está comprendido en la práctica de este invento. Un requisito esencial de nuestro procedimiento de síntesis orgánica es el pequeño tamaño de las gotitas emulsionadas.
- 5.
- 10.

- Los sistemas utilizados en la práctica de este invento pueden muy bien llamarse emulsiones transparentes o microemulsiones. Ambos términos se refieren a emulsiones con diámetros de gotitas menores que un cuarto de la longitud de onda de la luz. Los sistemas pueden denominarse también sistemas solubilizados. Según este concepto, el agente emulsor 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 dichos coloides micelares. No conocemos medio alguno de distinguir entre una microemulsión o aquella en la que la fase interna esté solubilizada dentro de coloides micelares. La diferencia es con toda probabilidad enteramente académica.
- 15.
- 20.
- 25.

- Existe un número de publicaciones que explican la teoría y las condiciones en las que se forman las emulsiones transparentes. En todas estas referen-
- 30.



5. cías se emplea agua como una fase de la emulsión. En general, nosotros no empleamos agua en nuestro proceso de elaboración. Estas referencias son: J.H. Schulman y J.B. Montagne, Ann. N.Y. Acad. Sci., 92 (Art. 2), 366 (1961); J.E. Bowcott y J.H. Schulman, Z.Elektrochem, 59, 283 (1955); J.H. Schulman, W. Stoeckenzius, y L.M. Prince; J. Phys. Chem. 63, 1677 (1959); L.I. Osipow, J.Soc. Cosmetic Chemists, XIV, 277 (1.963).

10. Nosotros no tenemos conocimiento de ningún caso anterior a este invento en el que se haya preparado una emulsión transparente esencialmente anhidra. Similarmente, no tenemos conocimiento de ningún caso anterior en el que se haya formado una emulsión transparente, con el fin de llevar a cabo una reacción orgánica.

15.

Al objeto de realizar una reacción entre dos reactivos líquidos inmiscibles, combinamos los reactivos en presencia de un agente emulsionador apropiado para formar una emulsión transparente. La reacción se lleva entonces a cabo del mismo modo que se utilizaría si los reactivos fueran miscibles o si estuvieran disueltos en un disolvente mutuo. Así, se puede añadir un catalizador y se puede emplear calor para acelerar la reacción. Las velocidades de reacción son del mismo orden general en emulsiones transparentes que en reacciones de solución homogénea. Por el contrario, las reacciones que comprenden reactivos inmiscibles y que se llevan a cabo en emulsiones opacas normales son en general demasiado lentas para que sean prácticas.

20.

25.

30.



- El diámetro de las gotitas dispersadas en emulsiones opacas normales suele ser de varias micras, o del orden de cien veces mayores que las gotitas en las emulsiones transparentes. Las reacciones entre reactivos que se encuentran situados enteramente en las diferentes fases de la emulsión solamente pueden ocurrir en la superficie de contacto formada por las gotitas y la parte continua. El hecho de que solamente una pequeña proporción de las moléculas de los reactivos de la fase dispersada esté presente en la zona interfacial o superficie de contacto en una emulsión opaca, comparado con una emulsión transparente, ayuda a explicar el porqué las velocidades de reacción son tan lentas en las emulsiones opacas y el porqué las velocidades de reacción son mucho más favorables cuando se trata de emulsiones transparentes.
- 5.
- 10.
- 15.

- En lugar de formar una emulsión transparente directamente con los reactivos, nosotros disolvemos los reactivos en disolventes separados para obtener dos soluciones inmiscibles que después se emulsionan para formar una emulsión transparente.
- 20.

- Hay casos también en los que uno de los reactivos es un sólido que no se puede fundir sin descomposición y en los que solamente el disolvente práctico competirá en la reacción. Un caso en cuestión es la reacción de transesterificación entre la sacarosa y un ester de un ácido graso de cadena larga, como es el estearato de metilo. No se puede utilizar agua como disolvente para la sacarosa, puesto que inhibiría la reacción. Los disolventes tales como la
- 25.
- 30.

375965

28 E



-9-

- para la formación de una emulsión transparente. Se puede utilizar cualquier agente emulsionador dentro de una amplia variedad de agentes emulsionadores, solos o en combinación, para formar emulsiones transparentes. Estos comprenden los productos de condensación de óxido de etileno formados a partir de alcohol de lanolina, de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono, alcoholes grasos y aminas grasas; ésteres de sorbitan de ácido graso con 12 a 22 átomos de carbono y sus derivados de óxido de etileno; sulfatos y fosfatos de alquilo con 12 a 22 átomos de carbono, sulfonatos de alquilo con 12 a 22 átomos de carbono; sulfonatos de alqueno con 12 a 22 átomos de carbono; sulfonatos de alquilbenceno con 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo; compuestos de amonio cuaternario surfactantes o tensioactivos; y, los jabones sódicos y potásicos de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono; el agente emulsionador específico o combinación de agentes que producirán una emulsión transparente dependerá de la composición de las dos fases líquidas y de las condiciones de la reacción. Como es lógico, al llevar a cabo el proceso de elaboración, se deberá tener cuidado para que se empleen condiciones apropiadas tales como, por ejemplo, una temperatura idónea, no solamente para formar la emulsión transparente, sino también para mantenerla durante el período de la reacción.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Un factor adicional es que el producto de la reacción es en la mayoría de los casos un agente tensioactivo con propiedades emulsionantes. A medida

30.

375965



-10-

- que se forma el producto, aumenta el contenido total de emulsionador en el sistema y esto tiende a estabilizar la emulsión transparente. Con frecuencia se descubre que una emulsión algo turbida se volverá transparente al poco tiempo después de haber comenzado la reacción.
- 5.

- Se puede elegir el aceite emulsionador en la facilidad con que pueda separarse del producto. Por esta razón son particularmente preferibles los jabones sódicos y potásicos. Se pueden separar fácilmente mediante el uso de resinas intercambiadoras de iones, son insolubles en muchos líquidos orgánicos que son disolventes para los productos formados en estas reacciones y pueden convertirse fácilmente en ácidos grasos que tienen características de solubilidad enteramente diferentes de los jabones. Además, son baratos y no son tóxicos.
- 10.
- 15.

- También se puede elegir el agente emulsionador basándose en el uso final del producto, evitándose de este modo cualquier necesidad de tener que separar el producto de la reacción del emulsionador utilizado para formar la emulsión transparente. Así, para aplicaciones detergentes, se puede utilizar alquilbenzeno sulfonato sódico para producir un éster de sacarosa, puesto que el producto después de su combinación con adyuvantes normales es un buen detergente de bajo costo. Alternativamente, se puede utilizar sebo sulfonato sódico en la producción de un éster de sacarosa, porque la combinación después de la mezcla es un detergente biodegradable excelente. Para aplicaciones
- 20.
- 25.
- 30.



en cosmética, se puede utilizar un producto de condensación de óxido de etileno de alcohol de lanolina como emulsionador en la preparación de ésteres de sacarosa.

5. No es necesario el empleo de tipo especial de mezcla para formar una emulsión transparente. Todo lo que es necesario es combinar las fases líquidas con el agente emulsionador y calentar la mezcla a la temperatura apropiada empleando mezcla a velocidad elevada o a velocidad moderada.

10. Se pueden citar como ejemplos de los tipos de productos que se pueden manufacturar ventajosamente utilizando el procedimiento de emulsión transparente de este invento los productos de esterificación de ácidos grasos de cadena larga con glicerina y sacarosa. Los ejemplos que siguen ilustran el invento, pero en sí no limitan su alcance.

Ejemplo 1 -

20. Este ejemplo ilustra la reacción entre glicerina y oleato de metilo para formar oleato de glicerilo. En este caso, no se incluyó un agente emulsionador en la mezcla de la reacción y no se formó una emulsión transparente. En lugar de ello, se mantuvieron los reactivos en forma de una emulsión cruda mediante
25. agitación vigorosa.

30. Se añadió una mezcla de glicerina (100,0 g. 1,09 moles) y oleato de metilo (100,0 gramos, 1,34 moles en un matraz de tres cuellos equipado con un termómetro, agitador movido a motor y un adaptador para vacío, Se calentó la mezcla con agitación por espacio

375965 28



-12-

de dos horas a 110°C/5 mm Hg para eliminar todo el agua que pudiera haber presente. Se liberó momentaneamente el vacío y se añadieron 0,2 gramos de metóxido de sodio. La reacción se mantuvo a 110°C/5 mm. Hg durante tres horas mas. Al final del período de reacción cuando se detuvo la agitación, se separaron los reactivos en dos fases líquidas. La capa inferior era esencialmente glicerina sin reaccionar.

Una muestra de la capa superior se disolvió en éter etílico y se lavó repetidamente con agua para eliminar cualquier glicerina presente. Los otros extractos se deshidrataron en sulfato sódico anhidro y se separó el éter por destilación. Esta fracción tenía un índice de hidroxilo de 3,0, demostrando que se había formado muy poco oleato de glicerilo.

Ejemplo 2 -

Esta reacción fué idéntica a la descrita anteriormente, a excepción de que se añadió oleato sódico (30,4 grs., 0,10 moles) a la mezcla inicial de glicerina y oleato de metilo. Al poco tiempo de haber comenzado la reacción se formó una emulsión transparente. Esto se observó deteniendo la agitación. La mezcla era una fase líquida simple, homogénea y transparente, según se determinó por observación visual. Al final de la reacción y después de haber enfriado la mezcla a la temperatura ambiente, la mezcla de reacción apareció como un gel ligeramente turbido, pero de otro modo homogéneo.

Se analizó una parte del producto, utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 1. La frac-



ción soluble en éter se vió que tenía un índice de hidroxilo de 219,2.

Las cantidades de monooleato de glicerilo y dioleato de glicerilo en el producto pueden calcularse aproximadamente a partir de la ecuación:

5.

$$315X + 90,5 (1-X) = \text{índice de hidroxilo hallado.}$$

en la que 315 es el índice de hidroxilo del monooleato de glicerilo puro, 90,5 es el índice de hidroxilo del dioleato de glicerilo puro, X es la fracción de peso del monoglicérido en la muestra y 1-X es la fracción de peso de diglicérido en la muestra. Basándonos en esta ecuación, el producto de esta reacción consistía en una mezcla del 57,4% de monooleato de glicerilo y 42,6 de dioleato de glicerilo.

10.

15.

Ejemplo 3 -

Se hizo reaccionar una mezcla de glicerina (110,0 grs., 1,09 moles), aceite de maíz (principalmente trioleína 97,4 grs.; 0,11 moles) y oleato sódico (40,0 grs., 0,13 moles) según se ha descrito en el ejemplo 2. Se permitió que continuara la reacción durante 7,5 horas después de haber añadido 0,2 grs. de metóxido sódico seguido de la eliminación de agua. Se formó una emulsión transparente al poco tiempo en la reacción. El índice de hidroxilo del producto de reacción soluble en éter era de 236,0 (calculado como una mezcla del 64,9% de monoglicérido y 35,1 % de diglicérido).

20.

25.

Ejemplo 4 -

Se llevó a cabo una reacción idéntica al ejemplo 3, a excepción de que se utilizó estearato só-

30.

375965



-14-

dico en lugar de oleato sódico para obtener un producto de reacción con un índice de hidroxilo de 243,6 (calculado como una mezcla del 68,5% de monoglicérido y 31,5% de diglicérido).

5. Ejemplo 5 -

En la tabla 1, se indican varios ejemplos adicionales 5A-5P, respectivamente, de reacciones entre glicerina y esteres de ácidos grasos. En todos estos ejemplos, se formó una emulsión transparente durante los primeros estadios de la reacción. En varios de los ejemplos no se añadió catalizador. El jabón utilizado para formar la emulsión proporcionó suficiente alcalinidad para catalizar la reacción.

10.

15.

Los índices de hidroxilos indicados en la tabla se obtuvieron en el extracto de dietiléter anhidro, después de lavar primero la capa de éter diez o doce veces con agua para eliminar la glicerina sin reaccionar.

Ejemplo 6 -

20.

Se recuperó el producto de reacción del ejemplo 5-0 mediante el procedimiento que sigue: se dispersó una parte, 50 grs., de la mezcla de reacción en 200 ml. en n-hexano caliente. Se añadió suficiente HCl concentrado para convertir el oleato sódico presente en ácido oleico. La mezcla se centrifugó después a 2,500 rpm durante cinco minutos. El líquido sobrenadante de hexano contenía ácido oleico y se separó. La fracción insoluble en heptano se calentó brevemente a 100-125°C; después de lo cual se separó en

25.

30.

dos capas. La capa inferior era esencialmente gliceri-



- na y pesaba 26,3 grs. La capa superior consistía en el producto de glicéridos mezclados que pesaba 14,4 grs. y fundía dentro de los límites de 54-57°C. Esta fracción, de glicéridos se recristalizó en n-hexano y
5. se descubrió que tenía un índice de hidroxilo de 245,0 y un índice de ácido de 2,4.

Ejemplo 7 -

- Se purificó el producto de reacción del ejemplo 5-H disolviendo primero 5 grs. de la mezcla de reacción en una mezcla disolvente que consistía en 100 ml de dietiléter y 50 ml. de alcohol etílico al 95%. La solución se vertió en un embudo de decantación, se añadieron 150 ml de agua más suficiente dietiléter para igualar los volúmenes de las dos fases.
- 10.

15. La fase acuosa se extrajo y se lavó con dietiléter adicional. La fase etérea se volvió a lavar con agua fresca. Se combinaron las fracciones etéreas, se secaron en sulfato sódico anhidro y se separó el disolvente en el baño de vapor. El producto se secó en un horno a 55°C durante 48 horas. Se obtuvieron aproximadamente 8,2 grs. de una mezcla de glicéridos semi-sólida (índice de hidroxilo 227,7).
- 20.

Ejemplo 8 -

- Este ejemplo ilustra la preparación de monoestearato de sacarosa por el procedimiento que comprende la formación inicial de una emulsión transparente. Se depositó una mezcla de 400 grs. (5,25 moles) de propilenglicol, 53 grs. (0,17 moles) de oleato sódico, 136,9 grs. (0,40 moles) de sacarosa y 39,5 grs. (0,13 moles) de estearato de metilo en un
- 25.
- 30.

375965

-16-



- matraz de tres cuellos equipado con termómetro, agitador movido a motor, camisa calentadora y columna de fraccionamiento. Esta última se conectó a un condensador, refrigerado por agua que se unió a un matraz
5. colector equipado con una boca para una fuente de vacío. La mezcla de reacción se calentó a presión atmosférica a una temperatura de aproximadamente 130°C. con agitación constante. Se formó una emulsión transparente. Se redujo la potencia de la calefacción y se eliminaron las trazas de humedad junto con aproximadamente un 10% del propilenglicol destilando a 95-100°C/70 mm. de Hg. en un período de una a una hora y media. Se detuvieron momentáneamente el calentamiento y vacío y se añadieron 0,65 grs de carbonato potásico anhidro
10. (0,1 % en peso) a la mezcla de la reacción. Después se continuó con la reacción a 110°C a presión reducida durante aproximadamente cinco horas hasta que prácticamente se eliminó todo el propilenglicol. Cerca del final de la reacción se continuó con la destilación
15. a aproximadamente 1 mm de Hg. La temperatura del calderín aumentó rápidamente al final de la destilación y se dejó que alcanzara 150°C antes de detenerse el calentamiento. Los productos de reacción se dejaron enfriar a presión reducida.
- 20.
25. Se fraccionó una parte del producto para recuperar el estearato de sacarosa lavando 50 grs. con tres partes de 200 ml de n-hexano caliente. La solución de hexano se evaporó para obtener 15,8 grs. de sólido seco. El análisis de esta fracción mediante rotación óptica en n-butanol anhidro dió un valor corres-
- 30.



- pondiente a un 53,7% de monoestearato de sacarosa. La fracción recuperada como insolubles de hexano pesaba 33,1 grs. El análisis de esta fracción demostró que contenía un 4,1% de estearato de sacarosa, calculado como monoestearato de sacarosa.
- 5.

Ejemplo 9 -

- Este ejemplo ilustra la preparación de monoestearato de sacarosa mediante el procedimiento que comprende la formación inicial de emulsión transparente. Se depositó una mezcla consistente en 900 ml. de propilenglicol, 308,4 grs. (0,90 moles) de sacarosa, 180,0 grs. (0,60 moles) de estearato de metilo, y 165,0 grs. (0,54 moles) de estearato sódico en una matraz de resina de 2 litros equipado con termómetro, agitador, y condensador con encamisado de agua conectado a un recipiente que conducía a una fuente de vacío.
- 10.
- 15.

- La mezcla se calentó con agitación a 130-135°C. Dentro de estos límites de temperatura el azúcar se disolvió completamente y la mezcla de reacción resultó transparente y homogénea. Se practicó vacío y se destiló el propilenglicol. Fué necesario aumentar gradualmente la temperatura durante la destilación del glicol. De otro modo, se desarrolla turbidez y la reacción no llega a completarse. Se observó turbidez después de haberse destilado de un 30 a un 40% del glicol. Al elevarse la temperatura, se aclaró la emulsión a 145-150°C/130-140 mm. de Hg. En el estadio final de la destilación se separó completamente el glicol a 165-167°C/3-4 mm. de Hg. Se separó la masa de la reac-
- 20.
- 25.
- 30.

375965



-18-

ción del matraz mientras se encontraba aún fluida. A la temperatura ambiente era deleznable y podía triturarse y moverse con facilidad.

Ejemplo 10 -

5. Se calentaron los productos pulverizados de la reacción del ejemplo 9, 100 grs. a 60°C con 400 ml de metiletiletona y se filtraron a través de un embudo de Buchner caliente. Se lavó la torta del filtro con 300 ml. adicionales de metiletiletona.
10. Prácticamente toda la sacarosa sin reaccionar y aproximadamente un 60% del estearato sódico inicialmente presente se recuperaron como torta de filtrado.

15. La solución de metiletiletona combinada se ajustó con ácido clorhídrico concentrado a un pH de 6 para neutralizar el resto del jabón presente. Después se enfrió a 20°C., se filtró y se lavó con metiletiletona adicional. La torta del filtro, después de deshidratar para eliminar disolvente, consistía en 45 grs. de ester de sacarosa y aproximadamente 2 grs. de cada de sal y ácido esteárico ocluido. El análisis del éster de sacarosa demostró una relación molar 1,15 a 1,0 de grupos estearilos a sacarosa.
- 20.

Ejemplo 11 -

25. Se preparó dioleato de sacarosa utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 9, a excepción de que se empleó una relación menor de sacarosa a ester de metilo en la mezcla de la reacción. Esta consistía en 0,18 moles de sacarosa, 0,20 moles de oleato de metilo, 0,13 moles de oleato de sodio, 2,63 moles de propilenglicol y 0,05% de catali-
- 30.



- zador de metóxido de sodio. Después de una separación inicial para eliminar las trazas de agua, se añadió el catalizador y se continuó con la reacción a 130°C/3 mm. de Hg. Al cabo de tres horas y media, se
5. destiló todo el propilenglicol.

- Una parte del material, después de la finalización de la reacción, se extrajo con n-butanol anhidro y se filtró. El oleato de sacarosa disuelto en la solución de butanol se hidrolizó con KOH alcohólico
10. para liberar sacarosa, que se precipitó la solución. Se recuperó y analizó para hallar el contenido de sacarosa mediante rotación óptica en agua. La fracción consistente en sacarosa sin reaccionar y jabón que no había disuelto por el n-butanol en la extracción
15. se analizó también para hallar la cantidad de sacarosa mediante rotación óptica en agua. La suma de la sacarosa esterificada recuperada por hidrólisis de los solubles de butanol y sacarosa sin reaccionar estaba en excelente acuerdo con el contenido total de sacarosa presente en el muestreo tomado para análisis. Todo el éster de oleato estaba presente en el extracto de butanol. Este análisis mostró que el producto contenía oleato de sacarosa en la relación de 1 mol de sacarosa por 2,1 moles del grupo oleato.

25. Ejemplo 12 -

- Se preparó monooleato de sacarosa utilizando esencialmente el mismo procedimiento que en el ejemplo anterior. La mezcla de reacción consistía en 0,3 moles de sacarosa, 0,10 moles de oleato de metilo, 0,13 moles de oleato de sodio, 3,94 moles de propilenglicol
- 30.

375965

28



-20-

- y 1% de catalizador de metóxido de sodio. Se calentó la mezcla a 140°C bajo un ligero vacío para disolver la sacarosa y obtener una emulsión transparente. Se hizo descender la temperatura a 110°C/90 mm. de Hg.
5. para separar las trazas de agua y aproximadamente un 10% del propilenglicol. El catalizador se añadió y se llevó a cabo la reacción durante cinco horas, finalizando a 160°C/1 mm. de Hg. para eliminar esencialmente todo el propilenglicol. Se analizó el producto utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 10.
10. El análisis demostró que el producto contenía sacarosa y grupos oleato en la relación de 1 mol de sacarosa por 1,19 moles de grupos oleato.
- Ejemplo 13 -
15. Se preparó laurato de sacarosa a partir de una mezcla de reacción de emulsión transparente utilizando el mismo procedimiento general descrito en el ejemplo anterior. Se calentó a 130°C una mezcla de 400 grs. (5,25 moles) de propilenglicol, 39,4 (0,13 mol) de oleato de sodio, 136,9 grs. (0,40 mol) de sacarosa y 28,5 grs. (0,13 mol) de laurato de metilo, para obtener una emulsión transparente. Se redujo la temperatura a 110°C/80 mm. de Hg para eliminar las trazas de agua y aproximadamente un 10% del glicol.
20. El catalizador, 0,60 grs. (0,1%) de metóxido de sodio se añadió entonces y se continuó con la reacción durante siete horas, finalizando a 135°C/2 mm. de Hg, para separar esencialmente todo el propilenglicol. Se analizó el producto por el mismo procedimiento que en el ejemplo 10. El análisis demostró que el producto
- 25.
- 30.



contenía sacarosa y grupos laurato en relación de 1 mol de sacarosa por 1,25 moles de grupos laurato.

Ejemplo 14 -

- Se realizó una serie de experimentos con el fin de elegir agentes emulsionantes que formaran emulsiones transparentes con una mezcla de laurato de metilo, sacarosa y propilenglicol. Se incluyó carbonato potásico en la mezcla para proporcionar alcalinidad para la reacción de alcoholisis. La composición, que contenía una relación molar de 1,5 a 1,0 de azúcar a laurato de metilo, era la siguiente:
- | | |
|--------------------|-------------|
| Sacarosa | 43,1 gramos |
| Laurato de metilo | 18,2 gramos |
| Carbonato potásico | 0,11 gramos |
| Propilenglicol | 126,0 ml. |

- Se añadió el emulsionante y se calentó la composición en un vaso a 155°C efectuándose observaciones para determinar si se formaba emulsión transparente durante el calentamiento. Se obtuvieron emulsiones transparentes con agentes emulsionantes catiónicos, aniónicos o no iónicos. Se utilizaron concentraciones relativamente elevadas de agentes emulsionadores en estos experimentos y, es posible que se hubieran formado emulsiones transparentes con concentraciones mas bajas. A continuación se indican los emulsionantes que dieron emulsiones transparentes junto con el emulsionador utilizado, expresado como porcentaje de total de sólidos, v.g., la composición total incluye el emulsionador menos el propilenglicol.

375965



-22-

<u>Emulsionadores que producían emulsiones transparentes</u>	<u>Concentración en porcentaje de total de sólidos</u>
Cloruro de cetilperidinio	27,4
Cloruro de diestearilmetil amonio	21,5
5. Sulfoestearato potásico	27,4
Cetilsulfato sódico ³²	27,4
Octadecil sulfonato sódico	36,1
Dodecilbenceno sulfonato sódico	33,7
Estearato sódico	27,4
10. Amida de sebo hidrogenada etoxilada con 5 moles de óxido de etileno	27,4
Monoestearato de glicerilo	36,1
Alcohol de lanolina etoxilada con 40 moles de óxido de etileno	27,4
15. ³² 75% de cetilsulfato sódico, 25% de estearilsulfato sódico.	

Ejemplo 15 -

Se combinaron agentes emulsionantes con estearato de metilo, sacarosa y propilenglicol y se calentaron en un vaso abierto, generalmente a 155°C.

20. La composición a la que se habían añadido diversos emulsionantes contenía una relación molar de 1,5 a 1,0 de sacarosa a estearato de metilo y era la siguiente:

	Sacarosa	43,1 gramos
25.	Estearato de metilo	25,2 gramos
	Carbonato potásico	0,11 gramos
	Propilenglicol	126,0 ml.

30. Se formaron emulsiones transparentes con estearato potásico, estearato sódico, sulfoestearato potásico, cetilsulfato sódico estearilsulfato sódico



- (75:25) y cloruro de diestearildimetil amonio, todos en una concentración del 25,2% basada en el total de sólidos. También se formó una emulsión transparente utilizando octadecilsulfonato sódico en una
5. concentración del 33,7% basado en el total de sólidos.

Ejemplo 16 -

- Utilizando monoestearato de propilenglicol en lugar de estearato de metilo, y estearato sódico como emulsionante, se formó una emulsión transparente
10. a 145°C. La composición de experimentación era como sigue:

	Sacarosa	43,1 gramos
	Monoestearato de propilenglicol	14,8 gramos
15.	Estearato sódico	23,1 gramos
	Carbonato potásico	0,11 gramos
	Propilenglicol	126,0 ml.

Ejemplo 17 -

- Utilizando monoestearato de glicerilo en lugar de estearato de metilo y estearato sódico como emulsionante, se formó una emulsión transparente a
20. 145°C. La composición de experimentación era como sigue:

	Sacarosa	43,1 g.
25.	Monoestearato de glicerilo	15,1 g.
	Estearato sódico	23,1 g.
	Carbonato potásico	0,11 g.
	Propilenglicol	126,0 ml.

375965



Ejemplo 18 -

Se obtuvieron emulsiones transparentes cuando el propilenglicol se sustituyó por 1,3-butilenglicol. Se emplearon estearato sódico, octadecil sulfonato sódico y cloruro de diesterildimetil amonio como agentes emulsionantes en experimentos separados. Las composiciones de experimentación fueron las siguientes:

	Sacarosa	43,1 g.
10.	Estearato de metilo	25,2 g
	Agente emulsor	23,1 g
	Carbonato potásico	0,11 g.
	1,3-butilenglicol	126,0 ml.

Ejemplo 19 -

15. Se obtuvo una emulsión transparente cuando el propilenglicol se sustituyó por etilenglicol, utilizando estearato sódico agente sódico. La composición era como sigue:

	Sacarosa	43,1 g
20.	Estearato de metilo	25,2 g
	Estearato sódico	23,1 g
	Carbonato potásico	0,11 g
	Etilenglicol	126,0 ml

Ejemplo 20 -

25. Se obtuvo una emulsión transparente cuando el propilenglicol se sustituyó por 1,3-propanodiol, utilizando estearato sódico como agente emulsionante. La composición era como sigue:

	Sacarosa	43,1 g
30.	Estearato de metilo	23,2 g



Estearato sódico	23,1 g
Carbonato potásico	0,11 g.
1,3-propanodiol	126,0 ml.

Ejemplo 21 -

5. Se obtuvo una emulsión transparente utilizando un triglicérido con jabón como emulsionante. El sistema se volvió transparente después de agitar por espacio de cinco minutos a 150-155°C y permaneció transparente y fluido al enfriarse a temperatura ambiente. La composición era como sigue:

10. Sacarosa	100,0 g
Trioleato de glicerilo	60,0 g
Oleato sódico	150,0 g
Carbonato potásico	7,5 g
15. Propilenglicol	500,0 ml.

Ejemplo 22 -

20. Se determinó el efecto de la concentración de sacarosa en propilenglicol en la cantidad de estearato sódico necesaria para formar una emulsión transparente calentando mezclas en vasos abiertos. Se añadieron incrementos de estearato sódico hasta que se formó una emulsión transparente. Los resultados, que se indican a continuación, demuestran que a medida que la concentración de sacarosa en propilenglicol aumentaba, se necesitaba más estearato sódico
25. con el fin de formar una emulsión transparente.

375965



-26-

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Estearato de metilo	30 g	30 g	30 g	30 g
Propilenglicol	90 ml	90 ml	90 ml	90 ml
Sacarosa	0	11,4 g	22,8 g	34,2 g
5. Estearato sódico necesario	6 g	10 g	16 g	20 g

Ejemplo 23 -

- Se determinó el efecto del contenido de estearato de metilo en la cantidad de estearato sódico necesaria para formar una emulsión transparente calentando mezclas en vasos abiertos. Se añadieron incrementos de estearato sódico hasta que se formó una emulsión transparente. Los resultados, que se indican a continuación, demuestran que a medida que aumentaba la proporción de estearato de metilo, se necesitaban mayores cantidades de estearato sódico con el fin de formar una emulsión transparente.

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Sacarosa	11,4 g	11,4 g	11,4 g	11,4 g
Propilenglicol	90 ml	90 ml	90 ml	90 ml
20. Estearato de metilo	15 g	30 g	60 g	120 g
Estearato sódico necesario	7 g	10 g	12 g	16 g

Ejemplo 24 -

- Se preparó monoestearato de sacarosa utilizando una relación molar 1,5 a 1,0 de sacarosa a estearato de metilo con hidrógeno sulfonato de sebo sódico como emulsionante. La composición de la mezcla de la reacción era como sigue:

	Sacarosa	308,4 g
	Estearato de metilo	180,0 g
30.	Hidrógeno sulfato de sebo sódico	165,0 g

375965



-27-

Carbonato potásico 6,5 g
Propilenglicol 900,0 ml.

- Se llevó a cabo la reacción del mismo modo que en el ejemplo 8. Una parte de la masa de la
5. reacción, después de la completa destilación del propilenglicol se tomó en n-butanol. La rotación óptica de los solubles en butanol correspondían a $\alpha_D = +30,1$. Después de la corrección del sulfato de sebo sódico disuelto en el butanol, $\alpha_D = 38,7$. Esto corresponde
10. al estearato de sacarosa que contiene un mol de sacarosa por 1,1 moles del grupo estearato.

Ejemplo 25 -

- Se preparó estearato de sacarosa utilizando sulfato de octadecilo sódico como agente emulsionante. Las condiciones de la reacción y la composición de
15. la mezcla de iniciación fueron las mismas que en el ejemplo anterior, a excepción de que se utilizaron 165 gramos de octadecil sulfonato sódico en lugar de una cantidad igual de sulfato de sebo sódico. La
20. rotación óptica del producto en n-butanol, después de corregir el octadecil sulfonato sódico disuelto correspondía a $\alpha_D = +34$. Esto indica un producto de estearato de sacarosa que contiene 1,4 moles del grupo estearato por mol de sacarosa.

25. Ejemplo 26 -

- Se empleó 1,3-butilenglicol como disolvente de la sacarosa en lugar de propilenglicol. Debido a que el 1,3 butilenglicol tiene una temperatura de ebullición mayor que el propilenglicol, se necesi-
30. tó una menor presión para la destilación. De otro modo,

375965

-28-

28 ENE. 1977



Las condiciones fueron las mismas que en los ejemplos anteriores. La mezcla de la reacción era como sigue:

	Sacarosa	308,4 g
	Estearato de metilo	180,0 g
5.	Estearato potásico	165,0 g
	Carbonato potásico	12,0 g
	1,3-butilenglicol	900,0 ml.

- La rotación óptica del producto en n-butanol después de la corrección del jabón disuelto, correspondía a $\alpha_D = +34$. Esto representa una relación molar de 1,4 a 1,0 de estearato a sacarosa.
- 10.

Ejemplo 27 -

Se preparó laurato de sacarosa utilizando dodecilbenceno sulfonato sódico como emulsionante.

15. Las condiciones de la reacción fueron las mismas que en los ejemplos anteriores. La mezcla de iniciación era como sigue:

	Sacarosa	308,4 g
	Laurato de metilo	129,2 g
20.	Alquilbenceno sulfonato sódico	165,0 g
	Carbonato potásico	12,1 g
	Propilenglicol	900,0 ml.

- El producto de la reacción, después de la corrección del dodecilbenceno sulfonato sódico disuelto en la capa de n-butanol, dió un valor de rotación óptica correspondiente a $\alpha_D = +38$. Sobre esta base el ester de sacarosa contiene 1,5 moles del grupo de laurato por mol de sacarosa.
- 25.

3,75965



Ejemplo 28 -

Se llevó a cabo una reacción utilizando una relación molar de sacarosa y de estearato de metilo. De otro modo, las condiciones de la reacción fueron las mismas que en los ejemplos anteriores. La mezcla de iniciación consistía en:

	Sacarosa	205,4 g
	Estearato de metilo	180,0 g
	Estearato sódico	165,0 g
10.	Carbonato potásico	11,0 g
	Propilenglicol	900,0 ml.

Después de la corrección del jabón disuelto en la solución de n-butanol, la rotación óptica correspondía a $\alpha_D = + 34,5$, que corresponde a estearato de sacarosa que contiene a 1,3:1,0 de grupos esterilos a sacarosa.

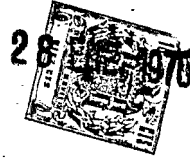
Ejemplo 29 -

Los ésteres de sacarosa preparados según los ejemplos anteriores son de color oscuro debido a la caramelización del azúcar a elevadas temperaturas. El color puede eliminarse por percolación en agua fría. Así, el producto del ejemplo 28 se molió y se vertió en agua a 4°C; y se almacenó la mezcla a 4°C. Se decantó el agua de los sólidos una vez al día y se reemplazó por agua fresca. Al cabo de tres tratamientos de este modo, el producto tenía un color casi blanco.

El invento, en sus aspectos mas generales, no queda limitado a las operaciones y métodos descritos, sino que se pueden realizar modificaciones

375965

-30-



dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas
sin desviarse de los principios del invento y sin
sacrificar sus ventajas principales.



375965

- 31 -



375965 TABLA I

Composición estimada de los productos

Condiciones de Reacción Tiempo de Reag Índice de Hidro- Mancrioléd- Higlicoléd- Temperatura y Vacío ción (Horas) - kilo del producto ridos (β) don (β)

Ejemplar Glicerina (Moles) Ester Tipo Soap (Mol de saponificante) Moles Catalizador

Ejemplar	Glicerina (Moles)	Ester Tipo	Soap (Mol de saponificante) Moles	Catalizador	Condiciones de Reacción Temperatura y Vacío	Tiempo de Reag ción (Horas)	Índice de Hidro- Mancrioléd- Higlicoléd- ridos (β) don (β)
A	1,08	0,33	0,15	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	5-3/4	55,7 40,5
B	1,08	0,33	0,06	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	5-3/4	57,8 42,2
C	1,08	0,33	0,06	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	6	62,1 37,9
D	1,08	0,33	0,06	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	7-1/2	61,5 30,5
E	1,08	0,33	0,06	0,25 Metóxido sódico	110°C/5 mm	7	56,1 43,9
F	1,63	0,23	0,10	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	5-1/2	73,1 20,9
G	1,63	0,03	0,13	Nada	110°C/5 mm	6	75,8 20,2
H	1,63	0,03	0,13	Nada	125°C/2 mm	6	71,7 20,5
I	1,56	0,04	0,14	Nada	110°C/5 mm	6	77,2 22,8
J	1,08	0,11	0,13	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	6	68,5 31,5
K	1,08	0,11	0,06	0,15 Metóxido sódico	110°C/5 mm	6	57,8 41,2
L	1,63	0,03	0,15	0,15 Carbonato sódico	110°C/5 mm	6	74,9 25,1
M	1,63	0,03	0,26	Nada	110°C/5 mm	2-1/2	75,0 25,0
N	1,63	0,03	0,13	Nada	125°C/2 mm	3-1/2	70,7 29,3
O	3,26	0,17	0,26	Nada	125°C/2 mm	3-1/2	74,5 25,5
P	3,26	0,17	0,26	Nada	140°C/3 mm	6	71,1 28,9
					175°C/3 mm		



375965

TABLA I



- 51 -

Ejem plo	Glicerina (Moles)	Ester (Moles)	Ester, Tipo	Soap (Emul sificante) Moles	Soap, Tipo	Catalizador	Condic Temper
A	1,08	0,33	Oleato de metilo	0,13	Oleato só dico	0,1% Metóxido sódico	110
B	1,08	0,33	Oleato de metilo	0,06	Oleato só dico	0,1% Metóxido sódico	110
C	1,08	0,33	Oleato de metilo	0,06	Oleato só dico	0,1% Metóxido sódico	110
D	1,08	0,33	Oleato de metilo	0,06	Oleato só dico	0,1% Metóxido sódico	110
E	1,08	0,33	Oleato de metilo	0,06	Oleato só dico	0,2% Metóxido sódico	110
F	1,63	0,25	Oleato de metilo	0,10	Oleato só dico	0,1% Metóxido sódico	110
G	1,63	0,08	Trioleato de glicerilo	0,13	Oleato só dico	Nada	110
H	1,63	0,08	Trioleato de glicerilo	0,13	Oleato só dico	Nada	125
I	1,56	0,04	Trioleato de glicerilo	0,14	Oleato só dico	Nada	110
J	1,08	0,11	Trioleato de glicerilo	0,13	Estearato sódico	0,1% Metóxido sódico	110
K	1,08	0,11	Trioleato de glicerilo	0,06	Oleato só dico	0,1% Metóxido sódico	110
L	1,63	0,08	Trioleato de glicerilo	0,13	Oleato só dico	0,1% Carbonato potásico	110
M	1,63	0,08	Trioleato de glicerilo	0,26	Oleato só dico	Nada	110 125
N	1,63	0,08	Trioleato de glicerilo	0,13	Estearato sódico	Nada	110 125
O	3,26	0,17	Triestearato de glicerilo	0,26	Oleato só dico	Nada	140
P	3,26	0,17	Trioleato de glicerilo	0,26	Estearato sódico	Nada	175

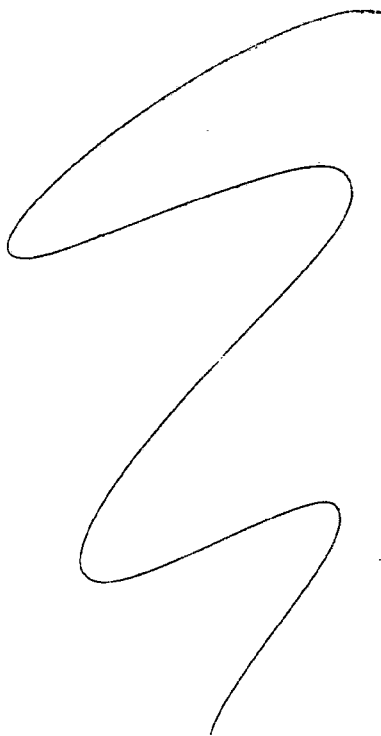
375965



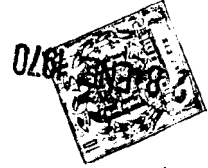
Composición estimada
de los productos

Condiciones de Reacción Temperatura y Vacío Tiempo de Reacción (Horas) Índice de hidroxilo del producto Monoglicéridos (%) Diglicéridos (%)

110°C/5 mm	5-3/4	210,6	53,7	46,3
110°C/5 mm	5-3/4	220,3	57,8	42,2
110°C/5 mm	6	230,2	62,1	37,9
110°C/5 mm	7-1/2	228,5	61,5	38,5
110°C/5 mm	7	215,8	56,1	43,9
110°C/5 mm	5-1/2	254,0	73,1	26,9
110°C/5 mm	6	256,2	73,8	26,2
125°C/2 mm	6	250,9	71,7	28,3
110°C/5 mm	6	263,7	77,2	22,8
110°C/5 mm	6	243,6	68,5	31,5
110°C/5 mm	6	219,9	57,8	41,2
110°C/5 mm	6	258,2	74,9	25,1
110°C/5 mm	2-1/2	258,9	75,0	25,0
125°C/2 mm	3-1/2			
110°C/5 mm	2-1/2	249,1	70,7	29,3
125°C/2 mm	3-1/2			
140°C/3 mm	6	257,7	74,5	25,5
175°C/3 mm	6	250,2	71,1	28,9



375965



NOTA

- 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. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España sobre: Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos inmiscibles; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1.- Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos inmiscibles, caracterizado porque comprende combinar dos reactivos inmiscibles en presencia de un agente emulsor idóneo para formar una emulsión transparente y llevar a cabo una reacción entre dichos reactivos inmiscibles para formar un producto de reacción.
 10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la etapa de recuperar el producto de la reacción.
 15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la emulsión transparente que se forma es anhidra.
 20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque cada uno de los citados reactivos se disuelve en disolventes separados para obtener dos soluciones inmiscibles que se emulsionan después para formar una emulsión transparente.
 25. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los reactivos son líquidos.
 - 30.

375965



6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque uno de los reactivos es un líquido y otro de los reactivos es un sólido.

5. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende: combinar dos reactivos inmiscibles, donde un reactivo es predominantemente hidrófobo y el otro es predominantemente hidrófilo, en presencia de un agente emulsor para formar una emulsión transparente, y llevar a cabo una reacción entre dichos reactivos inmiscibles para formar un agente tensioactivoiónico como producto de la reacción.

10. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente emulsor se elige del grupo consistente en productos de condensación de óxido de etileno formados a partir de alcohol de lanolina y de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono, alcoholes grasos y aminas grasas; ésteres de sorbitán de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono y sus derivados de óxido de etileno; sulfatos y fosfatos de alquilo de 1 a 22 átomos de carbono; sulfonatos de alquilbenceno con 8-18 átomos de carbono en el grupo alquilo; compuestos de amonio cuaternario tensioactivos; y los jabones sódicos y potásicos de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono.

15. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque un reactivo es glicerina y el otro reactivo es un éster de ácido graso con 12 a 22 átomos de carbono.

20. 10.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque un reactivo es sacarosa y el otro reactivo es un éster de ácido graso con 12 a 22

30.

375965²⁸



átomos de carbono.

5. 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende combinar sacarosa disuelta en un glicol con un éster de ácido graso con 12 a 22 átomos de carbono, en presencia de un agente emulsor apropiado para formar una emulsión transparente y un catalizador alcalino, y el destilar el glicol de la mezcla de la reacción.
10. 12.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el glicol es propilenglicol.
15. 13.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el agente emulsor se elige del grupo consistente en productos de condensación de óxido de etileno formados a partir de alcohol de lanolina ó de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono ó de alcoholes grasos con 12 a 22 átomos de carbono ó de aminas grasas con 12 a 22 átomos de carbono; ésteres de sorbitán de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono y sus derivados de óxido de etileno; sulfatos y fosfatos de alquilo con 12 a 22 átomos de carbono; sulfonatos de alquilo con 12 a 22 átomos de carbono; sulfonatos de alqueno con 12 a 22 átomos de carbono; sulfonatos de alquilbenceno con 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo; compuestos de amonio cuaternario tensioactivos; y los jabones sódicos y potásicos de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono.
20. 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque el agente emulsor es un alquilbenceno sulfonato con 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo.
25. 15.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque el agente emulsor se elige del grupo
- 30.

37596528 ENE 1970



consistente en los jabones sódicos y potásicos de ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono.

- 16.- Procedimiento para la reacción de compuestos orgánicos inmiscibles; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.
- 5.

Esta Memoria consta de 35 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 ENE. 1970
STATE OF NEBRASKA
A. GOMEZ ACEBO Y MODESTO
Firmado: F. Hernández Ruiz