



COFH/C11D

424369

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: TATE & LYLE LIMITED

RESIDENCIA: 21 Minoing Lane, London EC3R 7QY,

Inglaterra.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA
PREPARACION DE UN AGENTE TENSOACTIVO POR
TRANSESTERIFICACION DE SACAROSA CON UN
TRIGLICERIDO.

Prioridad: Patente británica n.º 12794 del 16-3-73

T.R.



1 Esta invención se refiere a una composición tensoacti-
va preparada por transesterificación de sacarosa con uno o
más triglicéridos.

5 Los ésteres de sacarosa con ácidos grasos, especial-
mente los monoésteres y diésteres de sacarosa, son potencial-
mente muy valiosos como agentes tensoactivos y presentan di-
versas ventajas únicas en este papel. Así, no son tóxicos,
son inodoros e insípidos; no son irritantes para la piel y,
cuando son ingeridos, se hidrolizan para formar productos
10 alimenticios normales. A diferencia de la mayoría de los agen-
tes tensoactivos, son biodegradables en condiciones aerobias
y anaerobias y a diferencia de la mayoría de otros agentes
tensoactivos no iónicos, son sólidos y por lo tanto fácilmen-
te utilizables en productos pulverizados o secados por atomi-
15 zación. Son muy buenos emulgentes y se comportan bien como
detergentes, ya sea solos o en combinación con agentes tenso-
activos aniónicos y pueden ser formulados como detergentes
de mucha espuma o de poca espuma. Por consiguiente, pueden
ser utilizados en general como detergentes domésticos o in-
20 dustriales y también en aplicaciones especializadas tales co-
mo aditivos para productos alimenticios, piensos para anima-
les, cosméticos, productos farmacéuticos y productos químicos
agrícolas. Sin embargo, a pesar de poseer estas ventajas, los
agentes tensoactivos formados por ésteres de sacarosa nunca
25 han sido explotados en todas sus posibilidades, debido a las
dificultades que aparecen en su producción. Se han propuesto
muchos procedimientos para la preparación de ésteres de saca-
rosa tensoactivos pero, debido a los inconvenientes técnicos
y económicos, todavía es difícil conseguir la producción in-
30 dustrial a gran escala a un precio competitivo con el de



1 otros agentes tensoactivos.

5 Los ésteres de sacarosa no pueden ser preparados por esterificación directa de la sacarosa con un ácido graso pero existen otros tres métodos posibles: reacción con un cloruro de ácido graso; reacción con un anhídrido de ácido graso y transesterificación con un éster de ácido graso. La reacción con cloruros de ácido, que se realiza en presencia de piridina, es antieconómica y no dará buenos rendimientos de monoésteres o diésteres de sacarosa: puede ser utilizado para 10 preparar octaésteres de sacarosa, pero estos no son satisfactorios como agentes tensoactivos. Los anhídridos de los ácidos grasos superiores no son asequibles comercialmente y su preparación es complicada y costosa. Por consiguiente, los intentos para encontrar un procedimiento comercial para la 15 preparación de ésteres de sacarosa tensoactivos se han concentrado en la reacción de transesterificación, generalmente utilizando ésteres metílicos o glicerílicos de los ácidos grasos.

20 La mayoría de los procedimientos de transesterificación conocidos se llevan a cabo en un disolvente. El disolvente más comúnmente utilizado es la dimetilformamida. La reacción se efectúa habitualmente a unos 90°C, en presencia de un catalizador alcalino (v.g. carbonato potásico), empleando el éster metílico del ácido graso. Es necesario separar 25 todas las trazas de agua, calentando el sistema a presión reducida a medida que se añade cada componente y el metanol, u otro alcohol, que es el subproducto de la transesterificación debe ser también separado por calefacción prolongada de la mezcla de reacción a presión reducida, con objeto de desplazar el equilibrio de reacción en el sentido deseado. La 30



1 necesidad crítica de condiciones anhidras, el calentamiento
prolongado bajo presión reducida y, sobre todo, el uso de un
disolvente como la dimetilformamida, constituyen todos ellos
graves inconvenientes de este procedimiento: no solamente de-
5 be recuperarse la dimetilformamida para conseguir una opera-
ción económica sino que su presencia residual puede hacer que
el producto sea tóxico y odorífero. Generalmente es necesario
emplear un exceso considerable de sacarosa en la reacción y
este exceso también tiene que ser separado del producto.

10 En una forma modificada del proceso de transesterifi-
cación en disolvente, la sacarosa se hace reaccionar con un
éster metílico, como el seboato de metilo, en un disolvente
como propilenglicol que disuelve a la sacarosa pero no al
componente graso. Se emplea un agente emulsionante y la reac-
15 ción se lleva a cabo en una llamada "microemulsión". Aunque
este procedimiento evita los inconvenientes que surgen del
uso de un disolvente tóxico como la dimetilformamida, toda-
vía emplea un disolvente costoso que tiene que ser recuperado
y todavía tiene que ser realizado a presión reducida y en
20 ausencia de agua.

Una modificación más reciente del proceso de transeste-
rificación en disolvente, descrita en la memoria de la paten-
te británica nº 1.332.190, utiliza el agua como disolvente.
La sacarosa se disuelve completamente en agua, en presencia
25 de un jabón de ácido graso, un éster de ácido graso y se añ-
de un catalizador de transesterificación y la mezcla se des-
hidrata a presión reducida y a temperatura elevada para pro-
ducir un fundido homogéneo. El fundido se mantiene entonces
a temperatura elevada para que tenga lugar la reacción de
30 transesterificación. Aunque este procedimiento evita los pro-



1 blemas que surgen cuando se utiliza un disolvente orgánico
 como la dimetilformamida o el propilenglicol, se trata de un
 proceso en etapas múltiples que todavía requiere calentar a
5 presión reducida y la presión debe ser cuidadosamente contro-
 lada en relación con la temperatura cuando se produce el fun-
 dido deshidratado, con objeto de evitar la hidrólisis del és-
 ter de ácido graso. Por lo tanto, el procedimiento es indesea-
 blemente complicado para uso en escala industrial.

10 También se ha propuesto recientemente un procedimien-
 to de transesterificación exento de disolvente [véase J. Amer.
 Oil Chem. Soc. 1970, 47 (2), 56-60 y la memoria de la paten-
 te estadounidense nº 3.714.144]. De acuerdo con este proce-
 dimiento, se indica que la transesterificación exenta de di-
15 solvente debe efectuarse con la sacarosa en estado fundido y
 el proceso es, por lo tanto, realizado a una temperatura de
 170 a 190°C. Después de un corto tiempo, la sacarosa fundida
 comienza a degradarse formando una masa alquitranosa negra y
 la reacción con el éster de ácido graso debe ser necesaria-
 mente realizada muy rápidamente: la reacción se interrumpe
20 generalmente dentro de los 20 minutos y algunas veces al ca-
 bo de solamente 2 minutos. Como en los procedimientos con di-
 solvente, la reacción se lleva a cabo a presión reducida pa-
 ra separar por destilación el subproducto alcohólico. Además,
 la reacción debe efectuarse en presencia de un jabón anhidro
25 exento de álcali, que sirve para solubilizar el éster de áci-
 do graso en la sacarosa fundida y para catalizar la transes-
 terificación: los alcóxidos, los álcalis libres y los jabo-
 nes ordinarios son totalmente insatisfactorios como cataliza-
 dores en este procedimiento y su presencia da lugar a una
30 descomposición muy rápida de la sacarosa y al oscurecimiento



1 de la mezcla de reacción. Así, aunque este procedimiento evita
2 alguno de los inconvenientes que surgen del uso de un dis-
3 solvente como la dimetilformamida, presenta inconvenientes
4 propios que lo hacen insatisfactorio como preparación a es-
5 cala comercial de los ésteres de sacarosa tensoactivos. Espe-
6 cíficamente, es difícil de controlar, porque la reacción de-
7 be ser completada muy rápidamente para evitar la degradación
8 de la sacarosa; debe ser realizada todavía a presión reduci-
9 da y requiere el uso de catalizadores especiales de elevado
10 precio.

11 Al contrario de todas las propuestas anteriores, aho-
12 ra se ha descubierto sorprendentemente que los ésteres de sa-
13 carosa tensoactivos pueden prepararse por transesterifica-
14 ción de sacarosa con triglicéridos, sin utilizar ningún di-
15 solvente para ninguna de las sustancias reaccionantes, sin
16 efectuar la reacción en sacarosa fundida, sin tener que com-
17 pletar la reacción en un corto tiempo, sin llevar a cabo la
18 reacción a presión reducida y sin utilizar un tipo especial
19 de catalizador. Por lo tanto, la invención proporciona un
20 procedimiento sencillo y económico para la preparación de
21 ésteres de sacarosa tensoactivos, que no requiere el uso de
22 disolventes o reactivos especiales ni la operación bajo con-
23 diciones difíciles tales como vacío parcial, eliminando así
24 los inconvenientes técnicos y económicos más graves de los
25 procedimientos anteriores y, por lo tanto, es eminentemente
26 adecuada para uso en escala industrial.

27 De acuerdo con esta invención, se prepara un agente
28 tensoactivo haciendo reaccionar sacarosa sólida en partículas
29 con un triglicérido como mínimo en presencia de un cataliza-
30 dor básico de transesterificación, a una temperatura compren-



1 dada entre 110 y 140°C, a la presión atmosférica y en ausencia de cualquier disolvente.

5 Se observará que el procedimiento de esta invención es completamente diferente de los anteriores en que utiliza una mezcla de reacción heterogénea donde la sacarosa sólida en partículas está suspendida en el triglicérido, mientras que los procedimientos anteriores trataban de conseguir un sistema homogéneo por disolución o fusión de la sacarosa. A la vista de los métodos utilizados en los procedimientos de la técnica anterior, es muy sorprendente encontrar que puede obtenerse un material tensoactivo eficaz, conteniendo una proporción sustancial del monoéster de sacarosa deseable, sin emplear un disolvente y sin fundir la sacarosa, a la presión atmosférica, bajo las condiciones de esta invención.

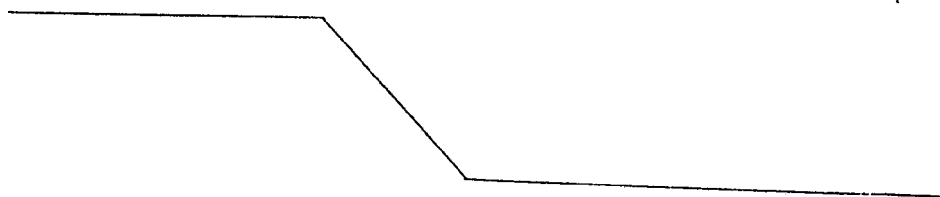
15 En el procedimiento de la invención puede utilizarse uno o más triglicéridos de ácidos grasos conteniendo como mínimo 8 átomos de carbono, preferiblemente por lo menos 12 y todavía mejor de 16 a 18 átomos de carbono. Normalmente es conveniente utilizar las mezclas naturales de triglicéridos. Tanto por razones económicas como porque se forma un producto tensoactivo especialmente efectivo, el triglicérido natural más preferido es el sebo, que contiene ésteres glicerílicos de los ácidos esteárico, palmítico y oléico pero también pueden utilizarse otras grasas y aceites triglicéridos como, por ejemplo, manteca de cerdo, aceite de palma, aceite de semilla de algodón, aceite de soja, aceite de oliva, aceite de cacahuet, aceite de coco, aceite de castor y aceite de linaza. Sin embargo, generalmente es menos deseable utilizar triglicéridos derivados de los ácidos grasos altamente insaturados, por ejemplo de los llamados "aceites secativos" tales



1 como aceite de linaza, porque tienen tendencia a oxidarse y
se colorean durante el proceso de la invención y el producto
presenta unas propiedades tensoactivas relativamente inferior-
5 res: en general, se prefiere el uso de triglicéridos proce-
dentes de ácidos que no contienen más de un doble enlace. La
presencia de grupos hidroxilo en la cadena ácida también pue-
de ser perjudicial para las propiedades tensoactivas del pro-
ducto. La Tabla I muestra la composición de algunos ejemplos
10 de grasas y aceites triglicéridos que pueden ser utilizados
en el procedimiento de la invención, basándose en los ácidos
grasos de los cuales derivan y en el número de átomos de car-
bono en las cadenas de ácido.

15 El triglicérido y la sacarosa son adecuadamente em-
pleados en cantidades prácticamente equimoleculares, aunque
las proporciones no son críticas. En el caso del sebo, por
ejemplo, la cantidad puede calcularse sobre la base del tri-
estearato de glicerilo. Si se desea pueden emplearse otras
proporciones para obtener un producto que contiene una canti-
dad sustancial de sacarosa o de triglicérido sin reaccionar,
20 para alguna aplicación especial, pero generalmente no se
obtiene ningún beneficio empleando un exceso de ninguna de
las sustancias reaccionantes: en realidad, una ventaja de es-
ta invención sobre los procedimientos anteriores es que no
es necesario emplear un exceso sustancial de sacarosa y, por
25 consiguiente, no es necesario separar el exceso de sacarosa
del producto.

30



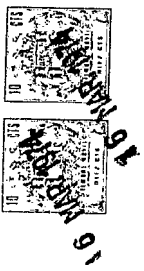


TABLA I

Composición de los triglicéridos naturales (% en pesc)

	Caprí- lico, C ₈	Cáprico C ₁₀	Láu- rico C ₁₂	Miris tico, C ₁₄	Miris tico, C ₁₄	Miris tico, C ₁₄	Penta- deca- noico C ₁₅	Palmi- tico, C ₁₆	Palmi- tico, C ₁₆	Mar- gari co, C ₁₆	Esteá- rico, C ₁₈	Oleí- co, C ₁₈	Lino co, C ₁₈	Lino co, C ₁₈	Rici co, C ₁₈	Ára- qui- lico C ₂₀	Eico Be- se- he- noico C ₂₀
Grasa o aceite triglicérido																	
Sebo				3,2	1,0	0,4	26,4	2,6	0,9	26,9	36,7	(v1)					
Linaza							6,3			4,3	18,2	14,3	56,7				
Semilla de algodón				0,6			21,7			2,1	17,8	57,9					
Palma				0,9			46,6			4,1	39,3	9,1					
Soja							10,5			3,8	23,7	55,5	6,6				
Cacahuét							9,0			3,5	64,5	18,2					
Coco	8,0	6,7	51,3	16,2			7,6			2,7	5,9	1,6					1,2 (0,9?) (1,6?)
Castor							0,9				9,6	10,3					79,0

1

5

10

15

20

25

30



TABLA I

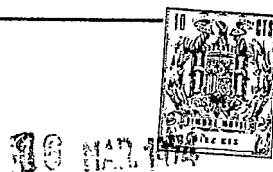
Composición de los triglicéridos naturales (% en peso)

	Láurico C ₁₂	Mirístico, C ₁₄	Miristólico, C ₁₄	Pentadecanoico C ₁₅	Palmitico, C ₁₆	Palmitoleico, C ₁₆	Margarico, C ₁₇	Estéarico, C ₁₈	Oleico, C ₁₈	Linoléico, C ₁₈	Linolénico, C ₁₈	Ricínico, C ₁₈	Araquídico, C ₂₀	Behénico, C ₂₀	Benzoico, C ₂₂
		3,2	1,0	0,4	26,4	2,6	0,9	26,9	36,7	(~1)					
					6,3			4,3	18,2	14,3	56,7				
		0,6			21,7			2,1	17,8	57,9					
		0,9			46,6			4,1	39,3	9,1					
					10,5			3,8	23,7	55,5	6,6				
					9,0			3,5	64,5	18,2			1,2	(0,9?)	(1,6?)
51,3	16,2				7,6			2,7	5,9	1,6					
					0,9				9,6	10,3		79,0			



1 El catalizador empleado en el procedimiento de la in-
vención puede ser uno cualquiera de los compuestos básicos
convencionalmente empleados como catalizadores de transeste-
rificación, pero se ha encontrado que el carbonato potásico
5 y el metóxido sódico dan resultados especialmente buenos.
También pueden emplearse otros compuestos básicos, como bases
orgánicas terciarias o cuaternarias, silicatos y boratos. Si
se desea, puede emplearse una mezcla de estos compuestos. La
concentración de catalizador no es crítica, pero generalmente
10 es deseable utilizar por lo menos un 2 % de catalizador con
objeto de conseguir una velocidad satisfactoria de reacción
y así obtener un material tensoactivo dentro de un periodo
de tiempo razonablemente corto. La reacción puede ser acele-
rada empleando concentraciones mayores de catalizador y ge-
15 neralmente se obtienen resultados óptimos a concentracio-
nes de 5-12 %, preferiblemente alrededor del 10 %; en gene-
ral, no se obtiene ningún beneficio adicional aumentando to-
davía más la concentración de catalizador y no es probable
utilizar en la práctica niveles superiores al 20 %. (Todos
20 estos porcentajes de concentración se dan en peso, sobre la
base del peso de la mezcla de reacción).

En la puesta en práctica del procedimiento de la in-
vención, en primer lugar se funde el triglicérido, si es un
25 sólido como el sebo. De acuerdo con una realización, después
se añaden la sacarosa y el catalizador básico y la suspen-
sión resultante se calienta con agitación, para producir la
reacción de transesterificación. Alternativamente, puede ser
calentado primero el triglicérido con el catalizador sólo,
de manera que sea parcialmente saponificado y después se aña-
30 de la sacarosa a la mezcla de reacción para que tenga lugar



1 la transesterificación. Sin embargo, generalmente es innecesaria esta etapa de saponificación preliminar cuando se utiliza un emulgente, de acuerdo con la realización preferida de la invención descrita más adelante.

5 Aunque no se emplea ningún disolvente en el procedimiento de la invención, la reacción se lleva a cabo a una temperatura muy inferior al punto de fusión de la sacarosa, del orden de 110 a 140°C. El intervalo de temperatura preferido es de 120 a 130°C y la reacción se lleva a cabo todavía

10 mejor alrededor de 125°C. (Todos estos valores se refieren a la temperatura interna de la mezcla de reacción). Prácticamente no tiene lugar ninguna reacción a temperaturas inferiores a 110°C mientras que a temperaturas superiores a 140°C se producen carbonizaciones y el producto no presenta

15 propiedades tensoactivas satisfactorias. La mezcla de reacción puede mantenerse a la temperatura deseada por cualquier medio convencional que permita una transmisión de calor y un control de la temperatura adecuados, por ejemplo proveyendo a la vasija de reacción de una camisa externa a través de la

20 cual se hace pasar vapor de agua. En algunos casos, especialmente si se aplica agitación violenta a la mezcla de reacción, puede ser necesario enfriar la mezcla durante el curso de la reacción para poder mantener la temperatura requerida, por ejemplo haciendo pasar agua a través de la camisa externa.

25 El procedimiento se lleva a cabo a la presión atmosférica, sin destilación de ninguno de los componentes: por ejemplo, puede efectuarse en una sencilla vasija de reacción abierta provista de medios adecuados de calefacción y agitación. Puede utilizarse un tipo convencional de agitador a motor pero

30 con objeto de conseguir una mezcla adecuada y mantener la



1 temperatura constante en toda la mezcla de reacción, especial-
mente en una vasija grande, algunas veces es conveniente uti-
lizar un mezclador de alto grado de cizalladura impulsado a
varios miles de revoluciones por minuto.

5 La sacarosa empleada en el procedimiento de la inven-
ción se encuentra normalmente en forma de azúcar refinada en
partículas, tales como azúcar granulada. El tamaño de partí-
cula de la sacarosa no es crítico pero las partículas que
son demasiado grandes pueden ser difíciles de dispersar ade-
10 cuadamente en la mezcla de reacción y, por lo tanto, en gene-
ral se prefiere utilizar sacarosa con un tamaño de partícula
menor de 250 micras. La sacarosa puede ser molida y tamizada
antes de su uso, con objeto de obtener el tamaño de partícu-
la deseado, pero esto es innecesario si se utiliza un agita-
15 dor de gran cizalladura para agitar la mezola de reacción,
ya que este mezclador inmediatamente desmenuzará las partícu-
las de sacarosa.

20 A diferencia de los procedimientos de transesterifi-
cación que utilizan un disolvente orgánico, el procedimiento
de esta invención no requiere la deshidratación de las sustan-
cias reaccionantes y las trazas de agua normalmente presentes
en los materiales de partida no son perjudiciales. Por otra
parte, el procedimiento de la invención no utiliza agua co-
25 mo disolvente de la reacción y su presencia a niveles supe-
riores al 1 % en peso suele ser perjudicial, debido a que
la reacción se hace más lenta, la sacarosa presenta tenden-
cia a formar grandes terrones y se produce rápidamente la
formación de jabón.

30 La duración de la reacción depende de la naturaleza
del triglicérido, de la cantidad y tipo del catalizador, de



1 la eficacia de la mezcla y de la temperatura de reacción
empleada. Existe un periodo de iniciación, que generalmente
dura por lo menos 1 hora y posiblemente varias horas, depen-
diendo de las condiciones de reacción. La mezcla se vuelve
5 más viscosa a medida que transcurre la reacción y ésta se
termina cuando la mezcla es demasiado viscosa para una agi-
tación adecuada. En las condiciones de reacción óptimas, la
reacción puede acabarse solamente en 6 horas, pero algunas
veces se continúa durante 14 o 16 horas o incluso más, con
10 objeto de obtener rendimientos óptimos de sustancia tensoac-
tiva. El progreso de la reacción puede ser seguido, por ejem-
plo, sometiendo las muestras de la mezcla de reacción a cro-
matografía a intervalos de tiempo apropiados.

15 De acuerdo con una realización preferida de la inven-
ción, se ha encontrado que el periodo de iniciación y el
tiempo de reacción global puede ser considerablemente redu-
cido agregando un emulgente a la mezcla de reacción. El adi-
tivo más eficaz hasta ahora descubierto es el producto ten-
soactivo propiamente dicho y éste es adecuadamente agregado
20 a una concentración del 5 al 10 % en peso, calculado sobre
el peso total de la mezcla de reacción. Otros emulgentes efi-
caces, que pueden ser agregados en cantidades similares, son
los diglicéridos y monoglicéridos, siendo el primero más efi-
caz que el último. Se ha encontrado que los jabones como el
25 estearato sódico son menos eficaces para este fin. Se supone
que estos aditivos se comportan como agentes emulgentes de
sólido/líquido en el sistema de reacción heterogéneo y, por
lo tanto, actúan como catalizadores físicos del proceso de
la invención. Así, la reacción entre la sacarosa y un tri-
30 glicérido puro, como el trioleato de glicerol, transcurre

16



1 muy lentamente y presenta un periodo de iniciación muy prolon-
gado porque, según se cree, debe formarse algo de glicérido
inferior a partir del triglicérido antes de que pueda trans-
currir la transesterificación. Si se añade a la mezcla de
5 reacción una pequeña proporción del producto tensoactivo, o
de un diglicérido o monoglicérido, el tiempo de reacción se
reduce considerablemente. Las grasas y aceites triglicéridos
naturales, como el sebo, contienen algo de diglicérido o mo-
noglicérido y por lo tanto reaccionan más rápidamente que los
10 triglicéridos puros, pero el tiempo de reacción todavía pue-
de ser considerablemente reducido mediante la adición de los
emulgentes antes mencionados.

El producto de la reacción, constituido por una mez-
cla de compuestos, puede ser utilizado directamente como
15 agente tensoactivo no tóxico y biodegradable, sin ninguna pu-
rificación aunque, si se desea, los ésteres de sacarosa en
el producto pueden ser separados y purificados por técnicas
convencionales, como cromatografía, estando constituida una
gran proporción de los mismos por monoésteres de sacarosa
20 que son especialmente valiosos como agentes tensoactivos. El
producto de la reacción solidifica cuando se enfría y enton-
ces puede ser formulado en diversas composiciones: por ejem-
plo, puede ser formulado con los diluyentes y coadyuvantes
convencionales, para producir composiciones detergentes en
25 polvo. Las composiciones para otros fines, como cosméticos,
productos alimenticios y productos químicos agrícolas, pue-
den ser formuladas en la forma convencional. Como no se uti-
liza ningún disolvente en el procedimiento de la invención,
se evitan por completo las costosas y complicadas operacio-
30 nes de recuperación de disolvente y purificación del produc-



1 to.

5 El comportamiento como detergente del producto de la invención, tal como el preparado en el Ejemplo 1 o en el Ejemplo 15 dados más adelante, ha sido determinado mediante procesos de lavado normalizados y se ha encontrado que es por lo menos tan eficaz como el dodecilbenzosulfonato sódico, que es un agente tensoactivo corriente utilizado en la formulación de detergentes convencionales.

10 La invención es ilustrada mediante los siguientes ejemplos, en los que todos los porcentajes se dan en peso.

EJEMPLO 1

Reacción de la sacarosa con sebo en presencia de carbonato potásico a 125°C

15 Se prepara un agente tensoactivo haciendo reaccionar los siguientes materiales:

Sebo	40,0 g	(64,5 %)
Sacarosa	17,0 g	(27,4 %)
Carbonato potásico	5,0 g	(8,1 %)

20 Se funde el sebo en un vaso de 250 ml que está sumergido en un baño de aceite mantenido a una temperatura constante de 125°C. Cuando la temperatura del sebo es de 125°C, se añaden la sacarosa (con un tamaño de partícula inferior a 250 micras) y carbonato potásico anhidro. La suspensión se
25 mantiene mezclada mediante un agitador de 4 paletas inclinadas, de 5 cm de diámetro, que se hace girar mediante un motor eléctrico entre 400 y 1200 rpm, según la viscosidad de la mezcla. Al cabo de unas 2 horas, se indica la iniciación de la reacción por una considerable formación de espuma y la
30 mezcla comienza a espesar. La espuma cede al cabo de 5 horas



1 aproximadamente y la mezcla continúa espesando a medida que
 transcurre la reacción. Se deja de mezclar al cabo de unas
 9 horas y el producto de reacción se deja enfriar y solidifi-
 5 car, dando 61,0 g de un material tensoactivo céreo, de color
 crema, con buenas propiedades de dispersión en los aceites.

Los resultados del análisis cromatográfico de la mez-
 cla de reacción en diversos momentos durante la reacción se
 encuentran en la Tabla II.

TABLA II

10	Tiempo en horas.	Triglicéridos (%)	Diglicéridos (%)	Monoglicéridos, (%)	Sacaro- rosa, (%)	Monoésteres de sacarosa (%)
	0	64,5	-	-	27,4	-
	3	62,2	3	-	24,4	-
	4	40,8	10,8	3,7	22,0	-
15	5	27,2	12,5	5,8	18,6	5,2
	6	19,0	19,6	11,9	15,0	16,0
	7	14,9	17,5	15,1	12,9	17,3
	8	12,0	12,5	14,4	11,5	22,5
20	9	10,6	9,7	14,8	11,3	24,7

EJEMPLO 2

Reacción de sacarosa con sebo en presencia de carbonato potá-
 sico a 115°C

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción
 de que la reacción se lleva a cabo a 115°C. La iniciación de
 la reacción es indicada por un espesamiento de la mezcla de
 reacción al cabo de unas 13 horas y la operación de mezclado
 se interrumpe al cabo de unas 22 horas. Después la mezcla de
 reacción se deja enfriar y solidificar, dando un producto
 tensoactivo similar al obtenido en el Ejemplo 1.

30 Los resultados del análisis cromatográfico de la mez-



1 cla de reacción a diversos tiempos durante la reacción están
indicados en la Tabla III.

TABLA III

5

<u>Tiempo en horas</u>	<u>Triglicéridos (%)</u>	<u>Diglicéridos (%)</u>	<u>Monoglicéridos, (%)</u>	<u>Sacarina, (%)</u>	<u>Monoésteres de sacarosa (%)</u>	
0	64,5	-	-	27,4	-	
9	64,5	5,7	-	27,3	-	
12	-	9,6	0,7	28,0	-	
14	50,2	8,3	1,7	26,1	-	
10	16	21,5	9,3	6,1	20,7	4,8
18	-	8,4	11,0	19,8	12,0	
20	20,5	5,7	10,5	16,3	10,2	
22	15,4	4,6	12,0	17,3	12,4	

EJEMPLO 3

15 Reacción de sacarosa con sebo en presencia de carbonato potásico a 135°C

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que la reacción se efectúa a 135°C. El tiempo de iniciación para la reacción se reduce a poco más de 1 hora y la operación de mezclado se interrumpe al cabo de unas 7 horas. El producto de reacción se deja enfriar y solidificar, dando un agente tensoactivo similar al producido en el Ejemplo 1, a excepción de que su color es más oscuro.

25 Los resultados del análisis cromatográfico de la mezcla de reacción a diversos tiempos durante la reacción se encuentran en la Tabla IV.



1

TABLA IV

Tiempo en horas	Triglicéridos (%)	Diglicéridos (%)	Monoglicéridos (%)	Sacarosa (%)	Monoésteres de sacarosa (%)	
0	64,5	-	-	27,4	-	
5	1	60,4	3,8	1,2	27,3	-
	2	45,7	18,4	3,4	25,9	-
	3	32,8	5,6	7,1	24,4	6,4
	4	10,9	3,9	11,9	14,9	11,8
	5	-	3,0	15,1	13,7	18,6
10	6	9,6	2,6	10,4	13,5	10,0
	7	-	3,0	10,5	13,6	10,8

EJEMPLO 4

15

Este ejemplo ilustra los efectos de emplear el catalizador de transesterificación carbonato potásico a concentraciones más altas.

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción de que los materiales de partida se utilizan en las siguientes proporciones:

20

Sebo	40,0 g	(62,0 %)
Sacarosa	17,0 g	(26,4 %)
Carbonato potásico	7,5 g	(11,6 %)

25

El producto resultante presenta una gran concentración del monoéster de sacarosa y un bajo contenido de sebo, con un buen color y buenas propiedades detergentes.

Los resultados del análisis cromatográfico de la mezcla de reacción a diversos tiempos se encuentran en la Tabla V.

30





1

TABLA V

<u>Tiempo en horas</u>	<u>Triglicéridos (%)</u>	<u>Diglicéridos (%)</u>	<u>Monoglicéridos, (%)</u>	<u>Monoésteres de sacarosa (%)</u>
0	62,0	-	-	-
5	1	45,4	16,8	-
	2	-	20,0	-
	3	35,2	20,2	0,4
	4	26,6	17,7	2,1
	5	-	20,3	4,7
10	6	7,6	15,9	6,8
	7	4,7	11,3	10,4
	9	-	5,3	14,5
				39,4

10

EJEMPLO 5

15

Reacción de sacarosa con trioleato de glicerol en presencia de carbonato potásico

Este ejemplo ilustra los efectos de utilizar un triglicérido puro, en lugar de una grasa o aceite natural, en la reacción.

20

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción de que los 40,0 g de sebo se sustituyen por 40,0 g de trioleato de glicerol de calidad reactivo. La reacción es mucho más lenta que en el Ejemplo 1, requiriendo un periodo de iniciación de 6-7 horas y un tiempo de reacción global de unas 16 horas, aunque el producto final es similar al obtenido en el Ejemplo 1.

25

Los resultados del análisis cromatográfico de la mezcla de reacción a varios tiempos están indicados en la Tabla VI.

30





1

TABLA VI

Tiempo en horas	Trioleato (%)	Di-oleato (%)	Monoésteres de sacarosa (%)	
0	64,5	-	-	
5	64,2	-	-	
8	29,7	10,7	-	
10	12,0	24,1	4,0	
11	-	18,9	19,3	
14	-	6,6	22,0	
10	15	4,6	7,6	27,2

EJEMPLO 6

Reacción de sacarosa con trioleato de glicerol en presencia de carbonato potásico y agente tensoactivo añadido

15

Este ejemplo ilustra como la reacción entre la sacarosa y un triglicérido puro es acelerada por la presencia de una pequeña proporción del producto tensoactivo de sacarosa del Ejemplo 1 en la mezcla de reacción inicial.

20

Se repite el procedimiento del Ejemplo 5, a excepción de que se sustituyen 4,0 g del trioleato de glicerol por una cantidad igual del producto tensoactivo, de manera que la mezcla de reacción inicial tiene la siguiente composición:

25

Trioleato de glicerol	36,0 g	(58,06 %)
Producto tensoactivo	4,0 g	(6,45 %)
Sacarosa	17,0 g	(27,42 %)
Carbonato potásico	5,0 g	(8,06 %)

30

La reacción tiene un tiempo de iniciación de 1 hora aproximadamente y es completa en unas 8 horas, dando un producto tensoactivo con buenas propiedades detergentes.



1 Los resultados del análisis cromatográfico de la mezcla de reacción a diversos tiempos están indicados en la Tabla VII.

TABLA VII

5

Tiempo en horas	Trioleato (%)	Di-oleato (%)	Monoéster de sacarosa (%)
0	58,06	-	-
1	-	-	-
2	34,0	19,3	-
10 3	12,5	12,2	-
4	10,2	16,0	5,3
5	11,6	20,2	16,6
6	8,0	12,6	18,9
7	3,2	10,2	20,3
15 8	3,1	9,5	22,6

EJEMPLO 7

Reacción de sacarosa con trioleato de glicerol en presencia de carbonato potásico y di-oleato de glicerol

20 Este ejemplo ilustra como la reacción entre la sacarosa y un triglicérido puro puede ser acelerada efectuando la reacción en presencia de una pequeña cantidad de diglicérido.

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 5, a excepción de que se sustituyen 4,0 g del trioleato de glicerol por una cantidad igual de di-oleato de glicerol, de manera que la mezcla de reacción inicial tiene la siguiente composición:

30

Trioleato de glicerol	36,0 g	(58,06 %)
Di-oleato de glicerol	4,0 g	(6,45 %)
Sacarosa	17,0 g	(27,42 %)
Carbonato potásico	5,0 g	(8,06 %)



1 El tiempo de iniciación de la reacción es alrededor
de 3 horas y la reacción se completa en unas 10 horas, dando
un producto tensoactivo con buenas propiedades detergentes.
Así, el dioleato es efectivo para reducir el tiempo de reac-
5 ción, aunque no es tan eficaz como el producto tensoactivo
utilizado en el Ejemplo 6.

Los resultados del análisis cromatográfico de la mez-
cla de reacción a diversos tiempos se encuentran en la Ta-
bla VIII.

10

TABLA VIII

<u>Tiempo en horas</u>	<u>Trioleato (%)</u>	<u>Dioleato (%)</u>	<u>Monoésteres de sacarosa (%)</u>
0	58,06	6,45	-
1	-	-	-
2	37,9	-	-
3	27,8	18,6	-
4	15,1	14,3	8,6
5	-	21,9	18,6
6	6,8	12,3	22,5
7	-	14,2	28,0
8	5,2	19,6	21,5
9	4,3	9,1	23,8
10	-	7,8	24,2

15

20

EJEMPLO 8

25

Reacción de sacarosa con trioleato de glicerol en presencia
de carbonato potásico y monooleato de glicerol

Este ejemplo ilustra como la reacción entre la saca-
rosa y un triglicérido puro puede ser acelerada añadiendo una
pequeña proporción de monoglicérido a la mezcla de reacción
30 inicial.



1 Se repite el procedimiento del Ejemplo 5, a excepción
de que se sustituyen 4,0 g del trioleato de glicerol por una
cantidad igual de monooleato de glicerol, de manera que la
mezcla de reacción inicial tiene la siguiente composición:

5

Trioleato de glicerol	36,0 g (58,06 %)
Monooleato de glicerol	4,0 g (6,45 %)
Sacarosa	17,0 g (27,42 %)
Carbonato potásico	5,0 g (8,06 %)

10 La reacción requiere alrededor de 12 horas para ser
completa, dando un producto tensoactivo con buenas propieda-
des detergentes. Así, aunque el monooleato es efectivo para
acelerar la reacción del trioleato puro, no es tan efectivo
como el dioleato o como el producto tensoactivo en este as-
pecto.

15 Los resultados del análisis cromatográfico de la mez-
cla de reacción a diversos tiempos están indicados en la Ta-
bla IX.

TABLA IX

20

<u>Tiempo en horas</u>	<u>Trioleato (%)</u>	<u>Dioleato (%)</u>	<u>Monoésteres de sacarosa (%)</u>	
0	58,06	-	-	
2	27,4	18,5	-	
4	28,9	19,5	-	
6	28,6	13,3	-	
25	8	23,9	20,7	19,7
9	6,5	19,5	26,1	
10	3,6	12,5	30,2	
11	-	-	-	
12	-	7,6	32,2	

30



1

EJEMPLO 9

Reacción de sacarosa con aceite de algodón

5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción de que se sustituyen 40,0 g de sebo por 40,0 g de aceite de algodón. La operación de mezcla se interrumpe al cabo de 11,5 horas y el producto se deja enfriar y solidificar, dando 61,0 g de un material tensoactivo céreo de color pardo pálido, que posee buenas propiedades de dispersión en aceite.

10

EJEMPLO 10

Reacción de sacarosa con aceite de palma

15

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción de que los 40,0 g de sebo se sustituyen por 40,0 g de aceite de palma crudo de Malaya. La mezcla se interrumpe al cabo de 10 horas y el producto se deja enfriar y solidificar, dando 61,0 g de un material tensoactivo céreo, de color crema pálido, con buenas propiedades de dispersión en aceites.

20

EJEMPLO 11

Reacción de sacarosa con aceite de linaza

25

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción de que los 40,0 g de sebo se sustituyen por 40,0 g de aceite de linaza. La operación de mezcla se interrumpe al cabo de 9 horas y el producto se deja enfriar y solidificar, dando 61,0 g de un material tensoactivo céreo, de color pardo oscuro. El producto presenta unas propiedades inferiores de dispersión en aceite en comparación con las del producto del Ejemplo 1, debido al alto grado de insaturación del aceite de linaza.

30

EJEMPLO 12

Reacción de sacarosa con aceite de castor

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción



1 de que los 40,0 g de sebo se sustituyen por 40,0 g de aceite
de castor. La mezcla se interrumpe al cabo de 10,5 horas y
el producto se deja enfriar, dando 61,0 g de un material
tensoactivo pegajoso. Las propiedades de dispersión en aceite
5 de este producto no son tan buenas como las del producto del
Ejemplo 1.

EJEMPLO 13

Reacción de sacarosa con aceite de cacahuet

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción
de que los 40,0 g de sebo se sustituyen por 40,0 g de aceite
de cacahuet. La mezcla se interrumpe al cabo de 9 horas y el
producto se deja enfriar y solidificar, dando 61,0 g de un
material tensoactivo céreo de color crema pálido, con buenas
propiedades de dispersión en aceite.

15 EJEMPLO 14

Reacción de sacarosa con aceite de coco

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción
de que los 40,0 g de sebo se sustituyen por 26,7 g de aceite
de coco. La operación de mezcla se interrumpe al cabo de 12
horas y el producto se deja enfriar y solidificar, dando
47,0 g de un material tensoactivo céreo, de color crema pá-
lido, que posee propiedades dispersantes en aceite adecuadas.

EJEMPLO 15

Reacción a gran escala de sacarosa con sebo

25 Se funden 76,19 kg de sebo en un reactor de 200 li-
tros que se calienta haciendo pasar vapor de agua a través
de una camisa externa. Cuando la temperatura del sebo llega a
125°C, se añaden 32,38 kg de sacarosa (con un tamaño de par-
tícula inferior a 250 micras) y 9,52 kg de carbonato potási-
30 co anhidro. La suspensión resultante se mantiene mezclada



1 mediante un agitador de hélice impulsado a 400 rpm mediante
un motor de 0,75 HP, mientras se mantiene su temperatura a
125°C. La mezcla comienza a espumar al cabo de 13 horas y
5 después se mezcla durante 23 horas más a 125°C, durante cu-
yo tiempo cede la espuma y la mezcla se vuelve de un color
pardo oscuro y se hace considerablemente más viscosa. Después
el producto se deja enfriar y solidificar, dando 112,3 kg de
un material tensoactivo céreo pardo con buenas propiedades
detergentes.

10

EJEMPLO 16

Reacción a gran escala de sacarosa con sebo

Este ejemplo ilustra como el tiempo de iniciación
de la reacción puede ser reducido agregando una pequeña pro-
porción del producto tensoactivo a la mezcla inicial.

15

Se mezclan y funden en el mismo aparato utilizado en
el Ejemplo 15, 50,79 kg de sebo y 6,0 kg del producto tenso-
activo del Ejemplo 15. Cuando la temperatura de la mezcla al-
canza los 125°C, se añaden 21,59 kg de sacarosa (con un tama-
ño de partícula inferior a 250 micras) y 6,35 kg de carbona-
to potásico anhidro y la suspensión resultante se mantiene
20 mezclada a 125°C. Durante 6 horas se produce una considera-
ble formación de espuma en la mezcla y se continúa mezclando
durante 24 horas más, manteniendo todavía la temperatura de
125°C. Después el producto se deja enfriar y solidificar,
25 dando 80,9 kg de un material tensoactivo céreo pardo, con
buenas propiedades detergentes.

25

EJEMPLO 17

Reacción a gran escala de sacarosa con sebo

Este ejemplo ilustra como el tiempo de reacción puede
30 ser reducido todavía más sometiendo la mezcla de reacción a

30



1 una agitación de gran cizalladura, así como utilizando una
pequeña proporción del producto tensoactivo en la mezcla ini-
cial.

5 Se mezclan en un reactor de 200 litros 50,79 kg de
sebo y 6,0 kg del producto tensoactivo del Ejemplo 15, uti-
lizando un mezclador Silverson de 4 HP, provisto de una cabe-
za de gran cizalladura y operando a 3000 rpm mientras se ha-
ce pasar vapor de agua a través de una camisa externa monta-
da en el reactor. Cuando la temperatura de la suspensión re-
sultante llega a 125°C, se añaden 21,59 kg de sacarosa (azú-
car granulado) y 6,35 kg de carbonato potásico anhidro y se
continúa mezclando. La mezcla de reacción comienza a espesar
al cabo de hora y media y después de unas 5 horas se hace
circular agua de refrigeración a través de la camisa que ro-
dea al reactor, con objeto de mantener la temperatura de la
mezcla en 125°C. La operación de mezcla se interrumpe al ca-
bo de 9 horas y el producto de reacción se deja enfriar y so-
lidificar, dando 80,9 kg de un material tensoactivo céreo de
color pardo pálido, con buenas propiedades detergentes.

20 EJEMPLO COMPARATIVO 1

Reacción de sacarosa con sebo en presencia de carbonato potá-
sico a 105°C

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción
de que la reacción se efectúa a 105°C. La iniciación de la
reacción dura 22 horas y al cabo de incluso 30 horas prácti-
camente no se ha formado nada de producto. La reacción se
interrumpe en este momento. La mezcla resultante no posee
ninguna propiedad tensoactiva útil.

30



1

EJEMPLO COMPARATIVO 2

Reacción de sacarosa con sebo en presencia de carbonato po-
tásico a 145°C

5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excepción de que la reacción se efectúa a 145°C. La mezcla de reacción comienza a carbonizarse casi inmediatamente y el proceso tiene que ser interrumpido al cabo de las 2 horas porque la mezcla se ha carbonizado formando una masa negra. La mezcla resultante no posee ninguna propiedad tensoactiva útil.

10

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

15

1. Un procedimiento mejorado para la preparación de un agente tensoactivo por transesterificación de sacarosa con un triglicérido, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo mezclando sacarosa sólida en partículas con un triglicérido como mínimo, en fase líquida, a una temperatura comprendida entre 110 y 140°C, en presencia de un catalizador básico de transesterificación, a la presión atmosférica y en ausencia de cualquier disolvente.

20

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 120 y 130°C, preferiblemente a una temperatura de unos 125°C.

25

3. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se utiliza por lo menos un triglicérido de un ácido graso conteniendo de 16 a 18 átomos de carbono, preferiblemente sebo.

30

4. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el triglicérido y la



1 sacarosa se emplean en cantidades prácticamente equimolecu-
lares.

5 5. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindi-
caciones 1 a 4, caracterizado porque el catalizador, pre-
feriblemente carbonato potásico, se emplea a una concentra-
ción del 5 al 12 % en peso, calculado sobre el peso total
de la mezcla de reacción.

10 6. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindi-
caciones 1 a 5, caracterizado por añadir a la mezcla de
reacción un emulgente para la sacarosa y el triglicérido.

7. Un procedimiento según la Reivindicación 6, ca-
racterizado porque dicho emulgente es un diglicérido, un
monoglicérido o un producto tensoactivo de la reacción.

15 8. Un procedimiento según las Reivindicaciones 6 ó
7, caracterizado porque se añade del 5 al 10 % en peso de
dicho emulgente, calculado sobre el peso total de la mezcla
de reacción.

20 9. Se reivindica por último, como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita
por: UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA PREPARACION DE UN
AGENTE TENSOACTIVO POR TRANSESTERIFICACION DE SACAROSA CON
UN TRIGLICERIDO.

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de veintinueve pági-
nas mecanografiadas.

Madrid, 16 marzo 1.974
BERNARDO UNGRIA

P.P.
[Handwritten signature]

30