



Nº 441.908

Int. Cl.: C.07H

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

### CERTIFICADO DE ADICION.

SOLICITANTE: TATE & LYLE LIMITED.-

RESIDENCIA: 21 Mincing Lane, LONDON EC3, INGLATERRA.-

ENUNCIADO: MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 424.369 por: UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA PREPARACION DE UN AGENTE TENSIOACTIVO POR TRANS-ESTERIFICACION DE SACAROSA CON UN TRIGLICERIDO.

Prioridad: Patente británicas n.º 45122/74 del 17-10-74  
" 16222/75 del 18-4-75



1           Esta invención se refiere a la producción de un ma-  
terial tensoactivo que comprende o está constituido por uno  
o más ésteres de ácido graso de la sacarosa.

5           Los ésteres de la sacarosa con ácidos grasos, espe-  
cialmente los monoésteres y diésteres de sacarosa, son po-  
tencialmente muy valiosos como agentes tensoactivos y pre-  
sentan varias ventajas únicas en este papel. Así, no son tó-  
xicos, son inodoros e insípidos; no son irritantes para la  
10           piel y, cuando son ingeridos, se hidrolizan formando produc-  
tos alimenticios normales. A diferencia de la mayor parte de  
los agentes tensoactivos, son biodegradables en condiciones  
aerobias y anaerobias y, a diferencia de la mayor parte de  
15           otros agentes tensoactivos no iónicos, son sólidos y, por  
lo tanto parcialmente utilizables en productos pulverizados  
o secados por atomización. Son emulgentes muy buenos y fun-  
cionan bien como detergentes, solos o en combinación con los  
agentes tensoactivos aniónicos y pueden ser formulados como  
20           detergentes muy espumosos o de espuma controlada. Por con-  
siguiente, pueden ser utilizados en general como detergentes  
domésticos o industriales y también en aplicaciones especia-  
lizadas como aditivos para productos alimenticios, piensos  
para animales, cosméticos, productos farmacéuticos y produc-  
tos químicos agrícolas. Sin embargo, a pesar de presentar  
25           todas estas ventajas, los ésteres de sacarosa tensoactivos  
nunca han sido explotados en todas sus posibilidades, debi-  
do a las dificultades que surgen en su producción. Se han  
propuesto muchos procedimientos para la preparación de agen-  
tes tensoactivos constituidos por ésteres de sacarosa pero,  
30           debido a los inconvenientes técnicos y económicos, todavía  
es difícil conseguir una producción industrial a gran escala



1 a un precio competitivo con otros agentes tensoactivos.

Los ésteres de sacarosa no pueden ser preparados por esterificación directa de la sacarosa con un ácido graso pero son posibles otros tres métodos: reacción con un cloruro de ácido graso; reacción con un anhídrido de ácido graso y trans-esterificación con un éster de ácido graso. La reacción con cloruros de ácido, que se lleva a cabo en presencia de piridina, es antieconómica y no produce buenos rendimientos de monoésteres o diésteres de sacarosa: puede ser utilizada para preparar octo-ésteres de sacarosa pero estos no resultan satisfactorios como agentes tensoactivos. Los anhídridos de los ácidos grasos superiores no existen comercialmente y su preparación es complicada y costosa. Por consiguiente, los intentos de encontrar un procedimiento comercial para la preparación de agentes tensoactivos a base de ésteres de sacarosa se han concentrado en la reacción de trans-esterificación, generalmente empleando ésteres metílicos o glicéricos de los ácidos grasos.

La mayoría de los procesos conocidos de trans-esterificación se llevan a cabo en un disolvente. El disolvente más comúnmente utilizado es la dimetilformamida. Habitualmente la reacción se efectúa a unos 90°C, en presencia de un catalizador alcalino (v.g. carbonato potásico), empleando el éster metílico del ácido graso. Es necesario separar las últimas trazas de agua, calentando el sistema a presión reducida a medida que se agrega cada componente y el metanol y otro alcohol que es el subproducto de la trans-esterificación también debe ser eliminado mediante calentamiento prolongado de la mezcla de reacción a presión reducida, con objeto de desplazar el equilibrio de la reacción en la direc-



1 ción deseada. La necesidad crítica de condiciones anhidras,  
la prolongada calefacción a presión reducida y, sobre todo,  
el uso de un disolvente como la dimetilformamida, son todos  
ellos graves inconvenientes de este proceso: no solamente  
5 debe ser recuperada la dimetilformamida para que la opera-  
ción resulte económica sino que su presencia residual puede  
hacer que el producto resulte tóxico y odorífero. General-  
mente es necesario emplear un exceso sustancial de sacarosa  
en la reacción y esta también debe ser eliminada del producto.

10 En una forma modificada del procedimiento de trans-  
esterificación en un disolvente, la sacarosa se hace reac-  
cionar con un éster metílico, como el éster metílico de los  
ácidos del sebo, en un disolvente como propilenglicol que di-  
suelve a la sacarosa pero no al componente graso. Se utili-  
15 za un agente emulsionante y la reacción se lleva a cabo en  
una llamada "microemulsión". Aunque este procedimiento evita  
les inconvenientes que surgen del uso de un disolvente tóxi-  
co como la dimetilformamida, todavía utiliza un disolvente ca-  
ro que tiene que ser recuperado y todavía tiene que ser lle-  
20 vado a cabo a presión reducida y en ausencia de agua.

Una modificación más reciente del proceso de trans-  
esterificación en disolvente, descrita en la memoria de la  
patente británica nº 1.332.190, utiliza agua como disolvente.  
25 La sacarosa se disuelve completamente en el agua, en presen-  
cia de un jabón de ácido graso, se añade un éster de ácido  
graso y un catalizador de trans-esterificación y la mezcla  
se deshidrata a presión reducida y a temperatura elevada pa-  
ra producir una masa fundida homogénea. Después la masa fun-  
30 dida se mantiene a temperatura elevada para que tenga lugar  
la reacción de trans-esterificación. Aunque este procedimien-



1 to evita los problemas que surgen del uso de un disolvente  
orgánico como la dimetilformamida o el propilenglicol, se  
trata de un proceso en múltiples etapas en el que todavía  
es necesario calentar a presión reducida y la presión debe  
5 ser cuidadosamente controlada en relación con la temperatura  
cuando se produce la masa fundida deshidratada, con objeto de  
evitar la hidrólisis del éster de ácido graso. Por lo tanto,  
el procedimiento resulta indeseablemente complicado para uso  
a escala industrial.

10 También se ha propuesto recientemente un procedimien-  
to de trans-esterificación en ausencia de disolvente [véase  
J. Amer. Oil Chem. Soc. 1970, 47, (2), 56-60 y la memoria  
de la patente estadounidense nº 3.714.144]. De acuerdo con  
este procedimiento, se afirma que la trans-esterificación  
15 en ausencia de disolvente debe llevarse a cabo utilizando  
la sacarosa en estado fundido y, por lo tanto, el proceso se  
realiza a una temperatura comprendida entre 170 y 190°C. Al  
cabo de un corto tiempo, la sacarosa fundida comienza a de-  
gradarse formando una masa alquitranosa negra y la reacción  
20 con el éster del ácido graso debe ser llevada a cabo nece-  
sariamente con mucha rapidez: generalmente la reacción se de-  
tiene al cabo de 20 minutos y algunas veces al cabo de 2 mi-  
nutos solamente. Como en los procedimientos que utilizan di-  
solventes, la reacción se efectúa a presión reducida para  
25 separar por destilación el subproducto alcohólico. Además,  
la reacción debe ser efectuada en presencia de un jabón anhi-  
dro exento de álcali, que sirve para solubilizar al éster  
del ácido graso en la sacarosa fundida y para catalizar la  
trans-esterificación: los alcóxidos, los álcalis libres y  
30 los jabones ordinarios son totalmente insatisfactorios como



1 catalizadores en este procedimiento y su presencia da lugar  
a una descomposición muy rápida de la sacarosa y oscureci-  
5 miento de la mezcla de reacción. Por lo tanto, aunque este  
procedimiento evita algunos de los inconvenientes derivados  
del uso de un disolvente como la dimetilformamida, presenta  
10 inconvenientes propios que lo hacen poco satisfactorio como  
preparación a escala comercial de ésteras de sacarosa tenso-  
activos. Específicamente, es difícil de controlar, porque  
la reacción debe ser completada muy rápidamente para evitar  
15 la degradación de la sacarosa, todavía debe ser llevado a  
cabo a presión reducida y requiere el uso de catalizadores  
especiales de alto precio.

Un procedimiento que no utiliza disolvente y mantie-  
ne la sacarosa en fase sólida está descrito en la memoria  
20 de la patente estadounidense nº 3.558.597. En este procedi-  
miento, la trans-esterificación de la sacarosa con un éster  
alquílico de ácido graso se lleva a cabo en presencia de un  
catalizador de trans-esterificación básico, en condiciones  
25 próximas a la destilación del subproducto alcohólico. Estas  
condiciones son una temperatura de 100 a 170°C y una presión  
de 0,1 a 500 mm Hg, es decir, una presión considerablemente  
inferior a la atmosférica y típicamente alrededor de 15 mm  
Hg. Por lo tanto, incluso en este procedimiento se requieren  
condiciones de baja presión.

En nuestra memoria de patente española nº 424.369,  
30 hemos descrito como, contrariamente a todas las propues-  
tas anteriores, se había descubierto sorprendentemente que  
los ésteres de sacarosa tensoactivos podían ser preparados  
por trans-esterificación de la sacarosa con triglicéridos,  
sin utilizar disolvente para ninguna de las sustancias reac-

19 DIC



1 cionantes, sin efectuar la reacción en la sacarosa fundida,  
sin tener que completar la reacción en un corto periodo de  
tiempo, sin llevar a cabo la reacción a presión reducida y  
sin utilizar un tipo especial de catalizador, constituyendo  
5 así un sencillo y económico procedimiento para la preparación  
de ésteres de sacarosa tensoactivos que no requiere el uso  
de disolventes o reactivos especiales ni operar en condicio-  
nes difíciles tales como vacío parcial, que supera la mayo-  
ría de los graves inconvenientes técnicos y económicos de  
10 los procedimientos anteriores y que, por consiguiente, es  
eminente para uso a escala industrial. De  
acuerdo con el procedimiento de nuestra patente citada, se  
prepara un agente tensoactivo haciendo reaccionar sacarosa  
sólida en partículas con un triglicérido como mínimo, en pre-  
15 sencia de un catalizador básico de trans-esterificación, a  
una temperatura comprendida entre 110 y 140°C, a la presión  
atmosférica y en ausencia de cualquier disolvente.

Ahora hemos descubierto además que el procedimiento  
de nuestra patente citada puede ser modificado utilizando  
20 uno o más ésteres alquílicos de ácidos grasos en lugar del  
triglicérido, en la trans-esterificación con la sacarosa,  
con la ventaja de que puede ser aumentado así el rendimien-  
to de monoésteres de sacarosa especialmente valiosos en el  
producto.

25 Por consiguiente, la invención proporciona un proce-  
dimiento para la preparación de un material tensoactivo que  
consiste en hacer reaccionar la sacarosa sólida en partículas  
con un éster alquílico como mínimo de un ácido graso de 1 a  
30 6 átomos de carbono en el radical alquilo y como mínimo  
8 átomos de carbono en el radical ácido graso, en presencia



1 de un catalizador básico de trans-esterificación, a una temperatura de 110 a 140°C, a la presión atmosférica y en ausencia de cualquier disolvente.

5 Se observará que el procedimiento de esta invención, como el de nuestra patente citada, es completamente diferente de los anteriores ya que utiliza una mezcla de reacción heterogénea donde la sacarosa sólida en partículas está suspendida en el éster de ácido graso a la presión atmosférica, mientras que los procedimientos anteriores se dirigían principalmente a conseguir un sistema homogéneo ya fuera disolviendo o fundiendo la sacarosa y siempre utilizaban presión  
10 reducida. A la vista de los métodos utilizados en la técnica anterior, es muy sorprendente encontrar que puede obtenerse un material tensoactivo eficaz, que contiene una proporción sustancial del monoéster de sacarosa deseado, sin utilizar  
15 un disolvente y sin fundir la sacarosa, a la presión atmosférica, bajo las condiciones de esta invención.

20 En el procedimiento de la invención puede utilizarse uno o más ésteres alquílicos inferiores de ácidos grasos conteniendo como mínimo 8 átomos de carbono, preferiblemente de 10 a 22 y todavía mejor de 16 a 18 átomos de carbono. Preferiblemente se utilizan los ésteres metílicos. Normalmente es conveniente utilizar ésteres alquílicos inferiores derivados de mezclas naturales de triglicéridos, por ejemplo  
25 el éster metílico de los ácidos del sebo que contiene ésteres metílicos de ácidos esteárico, palmítico y oleico; pero pueden utilizarse los ésteres alquílicos inferiores derivados de otras grasas y aceites triglicéridos, por ejemplo la manteca de cerdo, aceite de palma, aceite de algodón, aceite de  
30 soja, aceite de oliva, aceite de cacahuet, aceite de coco,



1 aceite de castor y aceite de linaza.

5 Sin embargo, generalmente es menos conveniente utilizar ésteres alquílicos inferiores de ácidos grasos muy insaturados, por ejemplo derivados de los llamados "aceites secantes" como aceite de linaza, porque suelen oxidarse y colorearse durante el procedimiento de la invención y el producto presenta unas propiedades tensoactivas relativamente menores: en general, se prefiere utilizar ésteres alquílicos inferiores de ácidos que no contengan más de un doble enlace. 10 La presencia de grupos hidroxilo en la cadena ácida también puede ser perjudicial para las propiedades tensoactivas del producto. La Tabla I muestra la composición de algunos ejemplos de grasas de aceites triglicéridos, en función de los ácidos grasos de los que derivan el número de átomos de carbono en las cadenas ácidas, cuyos ésteres alquílicos inferiores correspondientes son adecuados para uso en el procedimiento de la invención. Aunque se prefieren los ésteres metílicos, también pueden utilizarse, por ejemplo, los ésteres etílicos, propílicos o butílicos. 15

20 El éster alquílico inferior y la sacarosa se utilizan adecuadamente en cantidades prácticamente equimoleculares, aunque las proporciones no son críticas. En el caso de un éster alquílico de los ácidos del sebo, como el éster metílico, por ejemplo, la cantidad puede ser calculada sobre la base del estearato de alquilo. 25



30

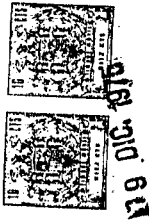


TABLA I

Composición de triglicéridos naturales (% en peso)

|          | Grasa o aceite triglicérido | Caprílico C8 | Caprílico C10 | Caprílico C12 | Miris tico C14 | Miris tico C15 | Palmítico C16 | Palmítico C17 | Margarico C18 | Esteárico C18 | Oleico C18 | Leico C18 | Linoico C18 | Árabinico C18 | Árabinico C20 | Érico C20 | Behénico C22      |
|----------|-----------------------------|--------------|---------------|---------------|----------------|----------------|---------------|---------------|---------------|---------------|------------|-----------|-------------|---------------|---------------|-----------|-------------------|
| Sebo     |                             | 3,2          | 1,0           | 0,4           | 26,4           | 2,6            | 0,9           | 26,9          | 36,7          | (~1)          |            |           |             |               |               |           |                   |
| Linaza   |                             |              |               |               | 6,3            |                |               | 4,3           | 18,2          | 14,3          | 56,7       |           |             |               |               |           |                   |
| 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        |           |             |               |               |           |                   |
| Cacahuet |                             |              |               |               | 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

1

TABLA I

Composición de triglicéridos naturales

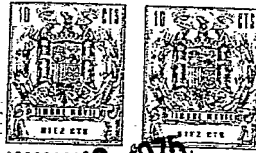
|    | Grasa o aceite triglicérido | Caprílico C <sub>8</sub> | Caprílico C <sub>10</sub> | Láurico C <sub>12</sub> | Mirístico C <sub>14</sub> | Mirisoleico C <sub>14</sub> | Pentadecanoico C <sub>15</sub> | Palmitico C <sub>16</sub> | Palmitoleico C <sub>16</sub> | Margarico C <sub>17</sub> | Estérico C <sub>18</sub> |
|----|-----------------------------|--------------------------|---------------------------|-------------------------|---------------------------|-----------------------------|--------------------------------|---------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|
| 5  | Sebo                        |                          |                           |                         | 3,2                       | 1,0                         | 0,4                            | 26,4                      | 2,6                          | 0,9                       | 26,9                     |
|    | Linaza                      |                          |                           |                         |                           |                             |                                | 6,3                       |                              |                           | 4,1                      |
|    | Algodón                     |                          |                           |                         | 0,6                       |                             |                                | 21,7                      |                              |                           | 2,7                      |
| 10 | Palma                       |                          |                           |                         | 0,9                       |                             |                                | 46,6                      |                              |                           | 4,1                      |
|    | Soja                        |                          |                           |                         |                           |                             |                                | 10,5                      |                              |                           | 3,8                      |
|    | Cacahuet                    |                          |                           |                         |                           |                             |                                | 9,0                       |                              |                           | 3,5                      |
|    | Coco                        | 8,0                      | 6,7                       | 51,3                    | 16,2                      |                             |                                | 7,6                       |                              |                           | 2,7                      |
|    | Castor                      |                          |                           |                         |                           |                             |                                | 0,9                       |                              |                           |                          |

15

20

25

30



179 DIC. 1970

TABLA I

glicéridos naturales (% en peso)

| <u>Palmí</u><br><u>tico</u><br>C <sub>16</sub> | <u>Palmi</u><br><u>tolei</u><br><u>co</u><br>C <sub>16</sub> | <u>Margá</u><br><u>rico</u><br>C <sub>17</sub> | <u>Esteá</u><br><u>rico</u><br>C <sub>18</sub> | <u>Oleico</u><br>C <sub>18</sub> | <u>Lino</u><br><u>leico</u><br>C <sub>18</sub> | <u>Lino</u><br><u>léni</u><br><u>co</u><br>C <sub>18</sub> | <u>Rici</u><br><u>nolei</u><br><u>co</u><br>C <sub>18</sub> | <u>Ara</u><br><u>quí</u><br><u>dico</u><br>C <sub>20</sub> | <u>Eico</u><br><u>séni</u><br><u>co</u><br>C <sub>20</sub> | <u>Behe</u><br><u>nico</u><br>C <sub>22</sub> |
|--|--|--|--|----------------------------------|--|--|---|--|--|---|
| 26,4   | 2,6  | 0,9  | 26,9   | 36,7                             | (~1)   |  |   |  |  |   |
| 6,3  |  |  | 4,3  | 18,2                             | 14,3   | 56,7   |   |  |  |   |
| 21,7   |  |  | 2,1  | 17,8                             | 57,9   |  |   |  |  |   |
| 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?)  |
| 7,6  |  |  | 2,7  | 5,9                              | 1,6  |  |   |  |  |   |
| 0,9  |  |  |  | 9,6                              | 10,3   |  | 79,0  |  |  |   |



1 El catalizador utilizado en el procedimiento de la  
invencción puede ser cualquiera de los compuestos básicos  
convencionalmente empleados como catalizadores de trans-  
5 esterificación, pero se ha encontrado que se obtienen resul-  
tados especialmente buenos con los carbonatos y alcóxidos  
de metales alcalinos, v.g. carbonato potásico y metóxido  
sódico. También pueden utilizarse otros compuestos básicos,  
como bases orgánicas terciarias o cuaternarias, silicatos  
y boratos. Si se desea, puede emplearse una mezcla de estos  
10 compuestos. La concentración de catalizador no es crítica  
pero generalmente es conveniente utilizar por lo menos un  
2 % de catalizador para conseguir una velocidad de reacción  
satisfactoria y producir así un material tensoactivo dentro  
de un periodo de tiempo razonablemente corto. La reacción  
15 puede ser acelerada utilizando concentraciones más altas,  
del orden de 5 a 12 %, preferiblemente alrededor del 10 %.  
En general , no se obtiene ningún beneficio adicional aumen-  
tando todavía más la concentración de catalizador y no es  
probable que se utilicen en la práctica proporciones superio-  
20 res al 20 %. (Todos estos porcentajes de concentraciones  
se dan en peso, sobre el peso de la mezcla de reacción).

Para poner en práctica el procedimiento de la inven-  
ción, la sacarosa y el catalizador básico pueden ser agrega-  
dos al éster alquílico y la suspensión resultante calentada  
25 con agitación para producir la reacción de trans-esterifica-  
ción. Alternativamente, el éster alquílico puede ser calen-  
tado primero con el catalizador sólo, de manera que se sapo-  
nifique parcialmente y después puede agregarse la sacarosa  
a la mezcla de reacción para que tenga lugar la trans-este-  
30 rificación. Sin embargo, esta etapa de saponificación preli-

19 DIC.



1 minar es generalmente innecesaria cuando se emplea un agente tensoactivo, de acuerdo con la realización preferida de la invención descrita más adelante.

5 Aunque no se utiliza 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, comprendida entre 110 y 140°C. El intervalo de temperatura preferido es de 120 a 130°C y mejor es llevar a cabo la reacción a unos 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 propiedades tensoactivas satisfactorias. La mezcla de reacción puede mantenerse a la temperatura deseada por cualquier medio convencional que permita una transferencia de calor y un control de la temperatura adecuados, por ejemplo proveyendo a la vasija de reacción con una camisa externa a través de la cual se hace pasar vapor de agua. 15 En algunos casos, especialmente si se aplica una agitación violenta a la mezcla de reacción, puede ser necesario enfriar la mezcla durante la reacción para mantener la temperatura requerida, por ejemplo haciendo pasar agua a través de una camisa externa. El procedimiento se lleva a cabo a la presión atmosférica: por ejemplo puede efectuarse en una sencilla vasija de reacción abierta provista de medios de calefacción y agitación adecuados. Puede utilizarse un agitador convencional del tipo impulsado a motor; pero para conseguir una mezcla adecuada y mantener la temperatura constante en toda la mezcla de reacción, especialmente en 20 25 30



1 una vasija grande, algunas veces es conveniente utilizar  
un mezclador de alto efecto de cizalla, impulsado a varios  
miles de revoluciones por minuto.

5 No se selecciona ninguna condición especial para se-  
parar por destilación el subproducto alcohólico. Cuando el  
subproducto alcohólico tiene un punto de ebullición espe-  
cialmente bajo, por ejemplo el metanol (p.e. 65°C) y el  
10 etanol (p.e. 78°C), puede destilar algo bajo las condicio-  
nes de reacción. La naturaleza extraordinariamente viscosa  
de la mezcla de reacción, sin embargo, evita la destila-  
ción libre y, para separar prácticamente la totalidad del  
alcohol, se ha considerado necesario en los procedimientos  
de la técnica anterior emplear una presión considerablemen-  
te reducida. Por lo tanto, puede pensarse que el uso de la  
15 presión atmosférica puede dar lugar a una proporción impor-  
tante del subproducto alcohólico residual in situ. Sorpren-  
dentemente, sin embargo, el rendimiento del éster de saca-  
rosa, especialmente del monoéster, no es reducido y en rea-  
lidad puede ser aumentado.

20 Hemos encontrado que una ventaja sorprendente de uti-  
lizar la presión atmosférica, aparte de que se utilice un  
aparato más sencillo, reside en el hecho de que la sacarosa  
se mantiene mucho más fácilmente en suspensión en el éster.  
A presiones reducidas, se produce una separación de fases  
25 y, como la reacción solamente puede producirse en la  
interfase, disminuye la velocidad de reacción. Sin embargo,  
a la presión atmosférica, la sacarosa puede mantenerse en  
suspensión finamente distribuída en la mezcla de reacción  
y la velocidad de reacción y el rendimiento son aumentados  
30 incluso aunque no se elimine completamente el subproducto

179



1       alcohólico.

5       La sacarosa utilizada en el procedimiento de la invención se encuentra normalmente en forma de azúcar refinada en partículas, tal como azúcar granulada. El tamaño de  
10       partícula de la sacarosa no es crítico pero las partículas demasiado grandes pueden resultar difíciles de dispersar adecuadamente en la mezcla de reacción y, por lo tanto, generalmente se prefiere utilizar sacarosa con un tamaño de  
15       partícula menor de 250 micras. La sacarosa puede ser molida y tamizada antes de su empleo, para obtener el tamaño de  
20       partícula deseado pero esto es innecesario si se utiliza un agitador de gran velocidad de cizalla para agitar la mezcla de reacción, ya que este agitador inmediatamente deshace las partículas de sacarosa.

25       A diferencia de los procedimientos de trans-esterificación que utilizan un disolvente orgánico, el procedimiento de esta invención no requiere la deshidratación de las sustancias 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  
30       utiliza agua como disolvente de la reacción y su presencia a niveles superiores a alrededor del 1 % en peso suele ser perjudicial, porque la velocidad de reacción disminuye, la sacarosa tiende a formar grandes terrones y se produce rápidamente la formación de jabón.

35       La duración de la reacción depende de la naturaleza del éster alquílico, de la cantidad y tipo de catalizador, de la eficiencia de mezclado y de la temperatura de reacción utilizada. La mezcla se vuelve más viscosa a medida  
40       que transcurre la reacción, y la reacción se termina cuando



1 la mezcla resulta demasiado viscosa para una agitación ade-  
cuada. La reacción puede acabar en solamente 6 horas, pero  
algunas veces se continua hasta 14 ó 16 horas o incluso  
5 más, con objeto de obtener rendimientos óptimos del agente  
tensoactivo. El progreso de la reacción puede ser seguido,  
por ejemplo, sometiendo a cromatografía unas muestras de la  
mezcla de reacción, a intervalos de tiempo apropiados.

Se prefiere con mucho efectuar el procedimiento de  
la invención en presencia de un agente tensoactivo. El  
10 agente tensoactivo más eficaz hasta ahora descubierto es  
el producto tensoactivo de este procedimiento o del proce-  
dimiento correspondiente que parte del triglicérido y éste  
es adecuadamente agregado a una concentración del 5 al 10%  
en peso, calculada sobre el peso total de la mezcla de  
15 reacción. Otros agentes tensoactivos efectivos que pueden  
ser agregados en cantidades similares son los diglicéridos  
y monoglicéridos, siendo los primeros más eficaces que los  
últimos. Se ha encontrado que los jabones como el esteara-  
to sódico son menos eficaces para este fin. Se supone  
20 que estos aditivos actúan como catalizadores físicos en el  
sistema de reacción heterogéneo sólido/líquido utilizado  
en el procedimiento de la invención. El uso de un agente  
tensoactivo de esta forma es especialmente ventajoso cuan-  
do el catalizador básico de trans-esterificación se utili-  
za a concentraciones bajas. Si se añade a la mezcla de  
25 reacción una pequeña proporción del producto tensoactivo  
o de un diglicérido o monoglicérido, el tiempo de reacción  
se reduce considerablemente.

El producto del procedimiento contiene el monoéster  
30 de sacarosa del ácido graso junto con diversos materiales



1 de partida que no han reaccionado y subproductos. Este  
producto presenta notables propiedades tensoactivas y pue-  
de ser utilizado sin refinar como agente tensoactivo no  
tóxico y biodegradable para muchos fines de limpieza. Una  
5 gran proporción de este producto está constituida por los  
monoésteres de sacarosa que son especialmente valiosos co-  
mo agentes tensoactivos, siendo generalmente esta propor-  
ción mayor que en un producto de un procedimiento corres-  
pondiente que parte de triglicéridos en lugar de partir  
10 de ésteres alquílicos inferiores. El producto de la reac-  
ción solidifica cuando se enfría y puede ser formulado  
en diversas composiciones: por ejemplo, puede ser formula-  
do con los diluyentes y coadyuvantes convencionales, para  
producir composiciones detergentes en polvo. Las composi-  
15 ciones para otros fines, como cosméticos, productos ali-  
menticios y productos químicos agrícolas, pueden ser for-  
muladas en la forma habitual. Como no se utiliza ningún  
disolvente en el procedimiento de esta invención, se evi-  
tan por completo las costosas y complicadas operaciones  
20 de recuperación del disolvente y purificación del producto.

Sin embargo, es necesario preparar monoésteres re-  
lativamente puros para uso como agentes tensoactivos, emul-  
gentes, etc., en campos tales como productos alimenticios,  
cosméticos finos, productos farmacéuticos, caucho o plás-  
25 ticos, pinturas y piensos para animales.

Se han propuesto diversas técnicas de purificación  
para los monoésteres de sacarosa, de acuerdo con el medio  
de reacción utilizado para prepararlos. Estas técnicas  
se han basado en gran parte en el reparto entre disolven-  
tes, una técnica que es complicada por la eficiencia del  
30



1 producto deseado como emulgente.

Ahora hemos encontrado que el procedimiento de trans-  
esterificación puede ir seguido de un sencillo procedimien-  
to de purificación en tres etapas para dar un monoéster  
5 de sacarosa con una pureza del 80 % como mínimo.

De acuerdo con otra característica de esta invención,  
por lo tanto, se proporciona un procedimiento para la prepa-  
ración de un agente tensoactivo que consiste en hacer reac-  
cionar sacarosa sólida en partículas como se ha definido  
10 anteriormente y después (a) tratar el producto de reacción  
crudo con una sal acuosa de un metal capaz de formar una  
sal insoluble (jabón) con un ácido graso y separar el ma-  
terial insoluble; (b) extraer el material insoluble separa-  
do con un disolvente orgánico en el que sean solubles los  
15 ésteres alquílicos inferiores de los ácidos grasos pero  
donde los monoésteres y diésteres de sacarosa sean prácti-  
camente insolubles y (c) extraer el residuo insoluble de  
(b) con un disolvente polar de los monoésteres y diésteres  
de sacarosa pero en el que sean prácticamente insolubles  
20 los jabones de ácidos grasos..

El tratamiento de la etapa (a) se realiza convenien-  
temente con una sal metálica del Grupo II y sirve para  
convertir cualquier ácido graso libre y/o jabones del mismo  
en jabones metálicos solubles en agua del Grupo II. La so-  
25 lución acuosa de la sal, por lo tanto, debe contener sales  
metálicas del Grupo II en cantidad suficiente para comple-  
tar la conversión. Los metales típicos del Grupo II son el  
calcio, el magnesio y el bario en el Grupo IIa y el cinc  
en el Grupo IIb, siendo especialmente preferido el calcio.

30 El residuo sólido de la etapa (a) debe ser separado



19 DIC 1976

1 por filtración, convenientemente en un filtro de tambor gi-  
ratorio. La separación del residuo insoluble es mejorada  
si la suspensión obtenida en la etapa (a) es suavemente agi-  
5 tada a temperatura moderadamente elevada (v.g. alrededor  
de 35°C). Este tratamiento contribuye a coagular el mate-  
rial sólido de manera que pueda ser más fácilmente fil-  
trado.

La torta obtenida en la filtración se somete después  
a la etapa (b) de la purificación, es decir a la extracción  
10 con disolvente, preferiblemente después de haber sido se-  
cada. Puede utilizarse cualquier disolvente conveniente  
que sea un buen disolvente de los ésteres alquílicos infe-  
riores de los ácidos grasos y de los ésteres superiores de  
la sacarosa (es decir, la sacarosa esterificada con más  
15 de dos radicales ácido graso). En esta extracción son ade-  
cuados los disolventes cetónicos como acetona y metil-etil-  
cetona pero es mejor utilizar un disolvente menos polar,  
no miscible con agua, por ejemplo un éster como el acetato  
de etilo. Esta extracción elimina los ésteres alquílicos  
20 inferiores de los ácidos grasos, cuando están presentes en  
la mezcla de reacción y también los ésteres superiores de  
la sacarosa. Cualquiera de estos ésteres puede ser recupe-  
rado como subproductos del extracto en disolvente.

El residuo de esta extracción contiene principalmente  
25 el monoéster y el diéster de sacarosa deseados y los jabo-  
nes metálicos del Grupo II, junto con una pequeña cantidad  
de sacarosa. La extracción de este residuo en la etapa (c)  
se efectúa preferiblemente utilizando un alcohol inferior  
que contiene de 1 a 4 átomos de carbono. La extracción eli-  
30 mina los jabones como residuo insoluble y proporciona un



1 extracto alcohólico que contiene un material purificado  
constituido por un 80 % como mínimo del monoéster de saca-  
rosa deseado. Puede utilizarse cualquier alcohol inferior  
conveniente pero se prefiere emplear etanol o isopropanol.  
5 Separando el alcohol del extracto obtenido se obtiene un  
producto purificado.

La invención es ilustrada mediante los siguientes  
ejemplos.

EJEMPLO 1

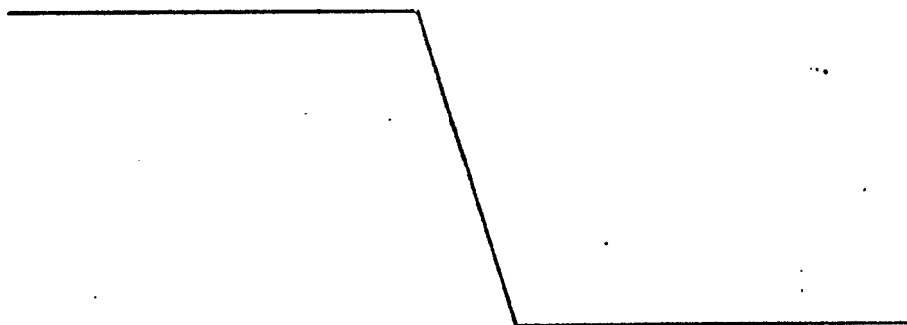
10 Una mezcla de 40 g de éster metílico de los ácidos  
del sebo, 17 g de sacarosa, 5 g de carbonato potásico y  
2,5 g de agente tensoactivo (preparado a partir de sacaro-  
sa y sebo por el procedimiento de nuestra patente españo-  
la mencionada nº 424.369) se agita durante 11 horas a  
15 125°C. El material céreo espeso producido endurece forman-  
do un sólido frágil al enfriarlo. Rendimiento: 48 g. El  
producto presenta buenas propiedades tensoactivas y con-  
tiene aproximadamente un 30 % en peso de monoésteres de  
sacarosa, con algunos diésteres y ésteres superiores.

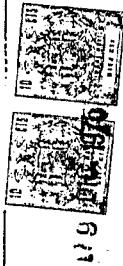
EJEMPLOS 2-15

20 Se efectúan reacciones similares con las sustancias  
reaccionantes y los resultados detallados a continuación.

25

30





REACCION DEL OLEATO DE METILO CON LA SACAROSA UTILIZANDO CARBONATO POTASICO COMO CATALIZADOR

|    | Oleato metilo (g)   | Saca-rosa (g) | K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g) | Emul-gente (g)            | Peso total (g) | Rendi-miento (g) | Pérdida de peso (g) | Tempe-ratura OC | Tiempo de re-acción | Monoe-ster de saca-ro-sa, % | Sacaro-sa, % | Jabones po-tasicos, % | Esteres metili-cos, % | Esteres su-periores, % |
|----|---------------------|---------------|------------------------------------|---------------------------|----------------|------------------|---------------------|-----------------|---------------------|-----------------------------|--------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| 1  | 80                  | 34            | 10                                 | -                         | 124            | 108              | 16                  | 125             | 16h                 | 31,2                        | 11,6         | 17,1                  | 14,1                  | 26                     |
| 5  | 2) 0,28m<br>64,5%   | 0,1<br>27,4%  | 8,1%                               | -                         | 110            | 110              | 14                  | 125             | 23                  | 27,6                        | 7,2          | 17,0                  | 20,3                  | 21,4*                  |
|    | 80                  | 34            | 10                                 | 6,2                       | 130,2          | 114              | 16,2                | 125             | 16h                 | 28,7                        | 12,1         | 12,7                  | 18,9                  | 27,6                   |
|    | 3)                  |               |                                    | 5% so-<br>bre 124 g       | 117,7          | 117,7            | 13,7                | 125             | 18h                 | 36,3                        | 9,5          | 19,5                  | 13,3                  | 21,4                   |
| 10 | 53,4                | 34            | 10                                 | -                         | 97,4           | 84               | 13,4                | 125             | 12h                 | 28,9                        | 8,8          | 21,1                  | 9,7                   | 31,5                   |
|    | 4) 0,18m<br>54,8%   | 0,1m<br>34,9% | 10,3%                              | -                         | 95,3           | 95,3             | 7,1                 | 125             | 16h                 | 18,1                        | 22,4         | 11,0                  | 16,7                  | 31,8                   |
|    | 5)                  |               |                                    | 5% so-<br>bre 97,4 g      | 96             | 96               | 6,4                 | 125             | 16h                 | 24,3                        | 18,3         | 11,8                  | 13,6                  | 32                     |
| 15 | 26,7                | 34            | 10                                 | -                         | 70,7           | 60,5             | 10,2                | 125             | 10h                 | 15,1                        | 4,3          | 8,3                   | 5,5                   | 28,1*                  |
|    | 6) 0,095m<br>37,8%  | 48,1          | 14,1                               | -                         | 70,7           | 61,5             | 9,2                 | 125             | 8h                  | 12                          | 71,8         | 5,0                   | 11,8                  | - *                    |
|    | 7)                  |               |                                    | 3,5<br>5% so-<br>bre 70,7 | 74,2           | 67,5             | 6,7                 | 125             | 10h                 | 28                          | 32,3         | 12,7                  | 1,3                   | 25,7                   |
| 20 | 53,4                | 34            | 6,7                                | -                         | 94,1           | 1) 75            | 19,1                | 125             | 20h                 | 37,7                        | 8,2          | 15                    | 8,0                   | 31,1*                  |
|    | 8) 0,18m<br>56,7%   | 0,1m<br>36,2% | 7,1%                               | -                         | 98,8           | 2) 85            | 13,7                | 125             | 20h                 | 31,1                        | 24,2         | 13,2                  | 13,2                  | 17,8                   |
|    | 9)                  |               |                                    | 4,7                       | 98,8           | 98,8             | 11,8                | 125             | 22h                 | 31,4                        | 44,4         | 17,2                  | 6,7                   | 0,3                    |
| 25 | 26,7                | 34            | 6,7                                | 3,37                      | 70,77          | 1) 65            | 4,23                | 125             | 9h                  | 22,8                        | 46,3         | 9,4                   | 8,0                   | 14,5                   |
|    | 10) 0,095m<br>39,6% | 0,1m<br>50,4% | 10%                                | -                         | 70,77          | 2) 65            | 4,23                | 125             | 9h                  | 40,0                        | 43,7         | 13,1                  | 3,2                   | 10,8                   |
|    | 11)                 |               |                                    | 4,7                       | 95,95          | 3) 85            | 5,23                | 125             | 9h                  | 24,1                        | 48,5         | 9,4                   | 3,2                   | 11,3                   |
|    | 12)                 |               |                                    | 3,85<br>4,2%              | 95,95          | 4) 64,5          | 4,83                | 125             | 9h                  | 36,5                        | 36,8         | 14,8                  | 0,6                   | 11,3                   |
|    | 53,4                | 34            | 3,85                               | 4,7                       | 95,95          | 1) 74            | 22                  | 125             | 24h                 | 19,9                        | 30,7         | 9,0                   | 20,7                  | 20,7*                  |
|    | 11)                 |               |                                    | 4,2%                      | 95,95          | 2) 83            | 13                  | 125             | 24h                 | 30,3                        | 21,8         | 11,9                  | 8,3                   | 27,7                   |
|    | 26,7                | 34            | 3,55                               | 3,55                      | 67,42          | 3) 85            | 11                  | 125             | 24h                 | 18,3                        | 21,5         | 8,9                   | 21,0                  | 31,3                   |
|    | 12)                 |               |                                    | 3,55                      | 67,42          | 4) 85,5          | 10,5                | 125             | 24h                 | 34,8                        | 17,2         | 14,9                  | 27,2                  | 5,9                    |
|    | 26,7                | 34            | 3,55                               | 3,55                      | 67,42          | 1) 64            | 3,42                | 125             | 12h                 | 28,8                        | 41,8         | 13,3                  | 6,5                   | 9,6                    |
|    | 12)                 |               |                                    | 3,55                      | 67,42          | 2) 60            | 7,42                | 125             | 12h                 | 13,2                        | 50,9         | 1,7                   | 23,6                  | 0,6                    |

1

5

10

15

20

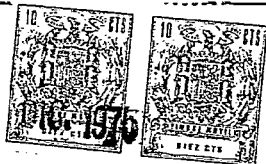
25

30

REACCION DEL OLEATO DE METILO CON LA SACAROSA UTILIZANDO

|    | CATALIZADOR        |               |                                    |                 |                |                 |                     |                |                    |                          |
|----|--------------------|---------------|------------------------------------|-----------------|----------------|-----------------|---------------------|----------------|--------------------|--------------------------|
|    | Oleato metilo (g)  | Sacarina (g)  | K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g) | Emulgente (g)   | Peso total (g) | Rendimiento (g) | Pérdida de peso (g) | Temperatura °C | Tiempo de reacción | Monoéster de sacarosa, % |
| 5  | 80                 | 34            | 10                                 | -               | 124            | 108             | 16                  | 125            | 16h                | 31,2                     |
|    | 2) 0,28m<br>64,5%  | 0,1<br>27,4%  | 8,1%                               |                 |                | 110             | 14                  | 125            | 23                 | 27,6                     |
|    | 3) 80              | 34            | 10                                 | 6,2             | 130,2          | 1) 114          | 16,2                | 125            | 16h                | 28,7                     |
|    |                    |               |                                    | 5% sobre 124 g  |                | 2) 117,7        | 13,7                | 125            | 18h                | 36,3                     |
| 10 | 53,4               | 34            | 10                                 |                 | 97,4           |                 |                     |                |                    |                          |
|    | 4) 0,189m<br>54,8% | 0,1m<br>34,9% | 10,3%                              |                 |                | 84              | 13,4                | 125            | 12h                | 28,9                     |
|    | 5) 53,4            | 34            | 10                                 | 4,87            | 102,17         | 95,3            | 7,1                 | 125            | 16h                | 18,1                     |
|    |                    |               |                                    | 5% sobre 97,4 g |                | 2) 96           | 6,4                 | 125            | 16h                | 24,3                     |
| 15 | 26,7               | 34            | 10                                 |                 |                | 1) 70,7         | 60,5                | 125            | 10h                | 15,1                     |
|    | 6) 0,095m<br>37,8% | 48,1          | 14,1                               |                 |                | 2) 70,7         | 61,5                | 125            | 8h                 | 12                       |
|    | 7) 26,7            | 34            | 10                                 | 3,5             | 74,2           | 67,5            | 6,7                 | 125            | 10h                | 28                       |
|    |                    |               |                                    | 5% sobre 70,7   | 74,2           | 2) 67,3         | 6,9                 | 125            | 8h                 | 33,8                     |
|    | 8) 53,4            | 34            | 6,7                                |                 | 94,1           | 1) 75           | 19,1                | 125            | 20h                | 37,7                     |
|    | 0,189m<br>56,7%    | 0,1m<br>36,2% | 7,1%                               |                 |                |                 |                     |                |                    |                          |
| 20 | 53,4               | 34            | 6,7                                | 4,7             | 98,8           | 1) 87           | 11,8                | 125            | 20h                | 31,1                     |
|    | 9) 53,4            | 34            | 6,7                                | 4,7             | 98,8           | 2) 85           | 13,7                | 125            | 22h                | 31,4                     |
|    | 10) 26,7           | 34            | 6,7                                | 3,37            | 70,77          | 1) 65           | 4,23                | 125            | 9h                 | 22,8                     |
|    | 0,095m<br>39,6%    | 0,1m<br>50,4% | 10%                                |                 |                | 2) 65           | 4,23                | 125            | 9h                 | 40,0                     |
|    |                    |               |                                    |                 |                | 3) 64           | 5,23                | 125            | 9h                 | 24,1                     |
|    |                    |               |                                    |                 |                | 4) 64,5         | 4,83                | 125            | 9h                 | 36,5                     |
| 25 | 53,4               | 34            | 3,85                               | 4,7             | 95,95          | 1) 74           | 22                  | 125            | 24h                | 19,9                     |
|    | 11) 53,4           | 34            | 4,2%                               |                 |                | 2) 83           | 13                  | 125            | 24h                | 30,3                     |
|    |                    |               |                                    |                 |                | 3) 85           | 11                  | 125            | 24h                | 18,3                     |
|    |                    |               |                                    |                 |                | 4) 85,5         | 10,5                | 125            | 24h                | 34,8                     |
|    | 12) 26,7           | 34            | 3,55                               | 3,55            | 67,42          | 1) 64           | 3,42                | 125            | 12h                | 28,8                     |
|    |                    |               |                                    |                 |                | 2) 60           | 7,42                | 125            | 12h                | 13,2                     |

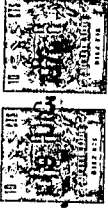
119



CON LA SACAROSA UTILIZANDO CARBONATO POTASICO COMO

CATALIZADOR

| Tempe-<br>ratura<br>°C | Tiempo<br>de re-<br>acción | Monoester<br>de sacaro-<br>sa, % | Sacaro-<br>sa<br>% | Jabones po-<br>tasicos<br>% | Esteres<br>metili-<br>cos, % | Esteres su-<br>periores<br>% |
|------------------------|----------------------------|----------------------------------|--------------------|-----------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 125                    | 16h                        | 31,2                             | 11,6               | 17,1                        | 14,1                         | 26                           |
| 125                    | 23                         | 27,6                             | 7,2                | 17,0                        | 20,3                         | 21,4*                        |
| 125                    | 16h                        | 28,7                             | 12,1               | 12,7                        | 18,9                         | 27,6                         |
| 125                    | 18h                        | 36,3                             | 9,5                | 19,5                        | 13,3                         | 21,4                         |
| 125                    | 12h                        | 28,9                             | 8,8                | 21,1                        | 9,7                          | 31,5                         |
| 125                    | 16h                        | 18,1                             | 22,4               | 11,0                        | 16,7                         | 31,8                         |
| 125                    | 16h                        | 24,3                             | 18,3               | 11,8                        | 13,6                         | 32                           |
| 125                    | 10h                        | 15,1                             | 43                 | 8,3                         | 5,5                          | 28,1*                        |
| 125                    | 8h                         | 12                               | 71,8               | 5,0                         | 11,8                         | - *                          |
| 125                    | 10h                        | 28                               | 32,3               | 12,7                        | 1,3                          | 25,7                         |
| 125                    | 8h                         | 33,8                             | 42,1               | 14,7                        | 2,8                          | 26,6                         |
| 125                    | 20h                        | 37,7                             | 8,2                | 15                          | 8,0                          | 31,1*                        |
| 125                    | 20h                        | 31,1                             | 24,2               | 13,2                        | 13,2                         | 17,8                         |
| 125                    | 22h                        | 31,4                             | 44,4               | 17,2                        | 6,7                          | 0,3                          |
| 125                    | 9h                         | 22,8                             | 46,3               | 9,4                         | 8,0                          | 14,5                         |
| 125                    | 9h                         | 40,0                             | 43,7               | 13,1                        | 3,2                          | -                            |
| 125                    | 9h                         | 24,1                             | 48,5               | 9,4                         | 3,2                          | 10,8                         |
| 125                    | 9h                         | 36,5                             | 36,8               | 14,8                        | 0,6                          | 11,3                         |
| 125                    | 24h                        | 19,9                             | 30,7               | 9,0                         | 20,7                         | 20,7*                        |
| 125                    | 24h                        | 30,3                             | 21,8               | 11,9                        | 8,3                          | 27,7                         |
| 125                    | 24h                        | 18,3                             | 21,5               | 8,9                         | 21,0                         | 31,3                         |
| 5 125                  | 24h                        | 34,8                             | 17,2               | 14,9                        | 27,2                         | 5,9                          |
| 125                    | 12h                        | 28,8                             | 41,8               | 13,3                        | 6,5                          | 9,6                          |
| 125                    | 12h                        | 13,2                             | 50,9               | 1,7                         | 23,6                         | 0,6                          |



|   | Oleato<br>(g) | Saca-<br>rosa<br>(g) | X CO <sub>2</sub><br>2<br>(g) | Emul-<br>sente<br>(g) | Peso<br>total<br>(g) | Rendi-<br>miento<br>(g) | Pérdida<br>de peso<br>(g) | Tempe-<br>ratura de re-<br>acción<br>OC | Tiempo<br>de reacción | Monocster<br>de sacaró<br>es, % | Sacaró<br>sa<br>% | Jabones po-<br>tásicos<br>% | Esteres su-<br>metíli-<br>cos, % | Esteres su-<br>periores<br>% |
|---|---------------|----------------------|-------------------------------|-----------------------|----------------------|-------------------------|---------------------------|---|-----------------------|---------------------------------|-------------------|-----------------------------|----------------------------------|------------------------------|
| 1 | 80            | 34                   | 10                            | 5,0                   | 129g                 | 1) 96g                  | 33                        | 125                                     | 11h                   | 27,0                            |                   |                             |                                  |                              |
|   | 64,5%         | 27,4%                | 8,1%                          |                       |                      | 2)                      |                           | 125                                     | 14h                   | 32,0                            |                   |                             |                                  |                              |
| 5 | 53,4          | 34                   | 10                            | 5,0                   | 102,4                | 88                      | 14,4                      | 125                                     | 7h                    | 20,2                            |                   |                             |                                  |                              |
|   | 54,8%         | 34,9%                | 10,3%                         |                       |                      |                         |                           |   |                       |                                 |                   |                             |                                  |                              |
|   | 26,6          | 34                   | 10                            | 5,0                   | 75,6                 | 66                      | 9,6                       | 125                                     | 9h                    | 36,6                            |                   |                             |                                  |                              |
|   | 37,8%         | 48,1%                | 14,1%                         |                       |                      |                         |                           |   |                       |                                 |                   |                             |                                  |                              |

\* Indica que la sacarosa ha formado terrones en el medio de reacción.

10

15

20

25

30

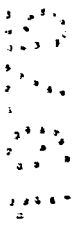
| 1   | Oleato metilo (g) | Saca-rosa (g) | K CO <sub>3</sub> 2 3 (g) | Emul-gente (g) | Peso total (g) | Rendi-miento (g) | Pérdida de peso (g) | Tempe-ratura °C | Tiempo de re-acción | Monoes-de sac: sa, % |
|-----|-------------------|---------------|---------------------------|----------------|----------------|------------------|---------------------|-----------------|---------------------|----------------------|
|     | Del sebo          |               |                           |                |                |                  |                     |                 |                     |                      |
| 13) | 80 g<br>64,5%     | 34<br>27,4%   | 10 g<br>8,1%              | 5,0            | 129g           | 1)96g<br>2)      | 33                  | 125<br>125      | 11h<br>14h          | 27,0<br>32,0         |
| 5   | Del sebo          |               |                           |                |                |                  |                     |                 |                     |                      |
| 14) | 53,4<br>54,8%     | 34<br>34,9%   | 10<br>10,3%               | 5,0            | 102,4          | 88               | 14,4                | 125             | 7h                  | 20,2                 |
|     | Del sebo          |               |                           |                |                |                  |                     |                 |                     |                      |
| 15) | 26,6<br>37,8%     | 34<br>48,1%   | 10<br>14,1%               | 5,0            | 75,6           | 66               | 9,6                 | 125             | 9h                  | 36,6                 |

10

\*

Indica que la sacarosa ha formado terrones en el medio de reacción.

15



20



25

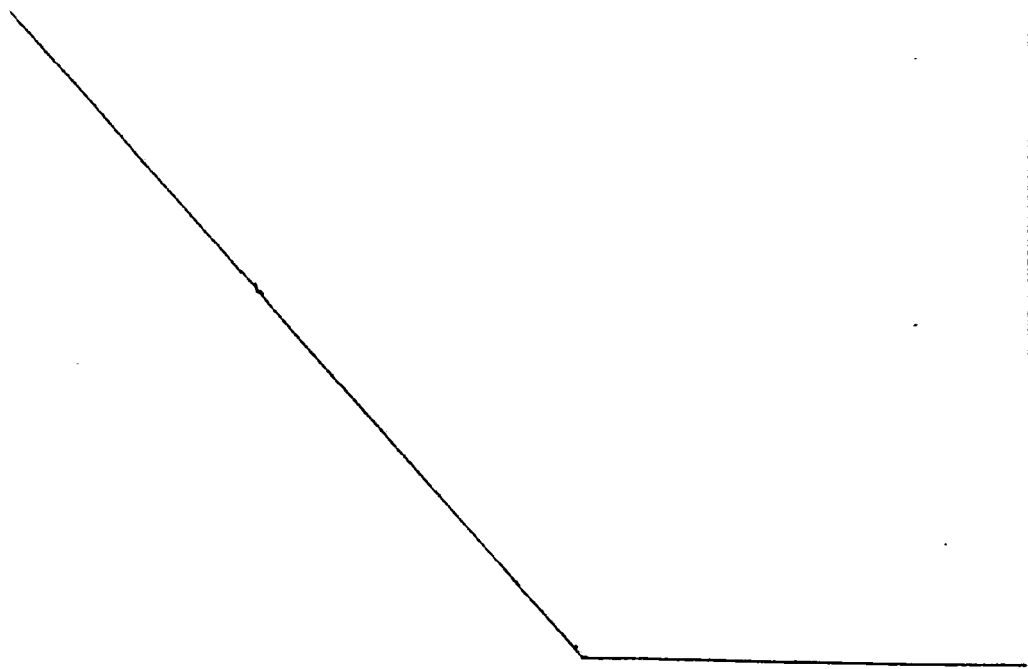


30



| <u>mpe-</u><br><u>tura</u><br><u>OC</u> | <u>Tiempo</u><br><u>de re-</u><br><u>acción</u> | <u>Monoester</u><br><u>de sacaro</u><br><u>sa, %</u> | <u>Sacaro</u><br><u>sa</u><br><u>%</u> | <u>Jabones po</u><br><u>tásicos</u><br><u>%</u> | <u>Esteres</u><br><u>metili-</u><br><u>cos, %</u> | <u>Esteres su-</u><br><u>periores</u><br><u>%</u> |
|---|---|--|--|---|---|---|
| 25                                      | 11h   | 27,0   |  |   |   |   |
| 25                                      | 14h   | 32,0   |  |   |   |   |
| 25                                      | 7h  | 20,2   |  |   |   |   |
| 25                                      | 9h  | 36,6   |  |   |   |   |

medio de reacción.



179 DIC. 1975



1 En resumen, el Certificado de Adición que se solicita  
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Mejoras introducidas en el objeto de la paten-  
te principal nº 424.369 por "UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA  
LA PREPARACION DE UN AGENTE TENSOACTIVO POR TRANS-ESTERIFI-  
CACION DE SACAROSA CON UN TRIGLICERIDO", que consiste en  
hacer reaccionar sacarosa sólida en partículas con un éster  
alquílico como mínimo de un ácido graso de 1 a 6 átomos  
10 de carbono en el radical alquilo y como mínimo 8 y prefe-  
riblemente 10 a 22 átomos de carbono en el radical ácido  
graso, en presencia de un catalizador básico de trans-  
esterificación, caracterizadas porque la reacción se efec-  
túa a una temperatura comprendida entre 110 y 140°C, a la  
15 presión atmosférica y en ausencia de cualquier disolvente.

2. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-  
das además porque el éster de ácido graso es el éster metí-  
lico de un ácido graso de 16 a 18 átomos de carbono.

20 3. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-  
das además porque el éster alquílico de ácido graso es un  
éster mixto derivado de una mezcla natural de triglicé-  
ridos.

25 4. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-  
das además porque el catalizador es carbonato potásico uti-  
lizado a una concentración del 5 al 12 % de la mezcla de  
reacción total.

5. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-  
das además porque el procedimiento se lleva a cabo a unos  
125°C.

30 6. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-



1 das además porque el procedimiento se lleva a cabo con  
una acción de mezcla de alto grado de cizallamiento.

5 7. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-  
das además porque la reacción se lleva a cabo en presencia  
de un agente tensoactivo.

10 8. Mejoras según la Reivindicación 7, donde el  
agente tensoactivo es (a) el producto del propio procedi-  
miento o del procedimiento correspondiente que utiliza un  
triglicérido; (b) un diglicérido o (c) un monoglicérido y  
está presente a una concentración comprendida entre 5 y  
10 % en peso.

15 9. Mejoras según la Reivindicación 1, caracteriza-  
das además porque el producto es purificado por (a) trata-  
miento del producto de reacción crudo con una sal acuosa  
de un metal del Grupo II, especialmente calcio y separa-  
ción del material insoluble de la suspensión formada; (b)  
extracción del material insoluble separado con una cetona  
o éster disolventes para separar los ésteres alquílicos  
inferiores de los ácidos grasos y (c) extracción del re-  
20 siduo insoluble de (b) con un alcohol inferior de 1 a 4  
átomos de carbono para extraer los monoésteres y diésteres  
de sacarosa.

25 10. Mejoras según la Reivindicación 9, caracteriza-  
das además porque la suspensión obtenida en la etapa (a)  
es suavemente agitada a temperatura moderadamente elevada  
antes de la separación.

30 11. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer el Primer Certificado de Adición que se  
solicita: MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE  
PRINCIPAL Nº 424.369 por: UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA

19



1

LA PREPARACION DE UN AGENTE TENSOACTIVO POR TRANS-ESTERIFICACION DE SACAROSA CON UN TRIGLICERIDO.

5

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veinticuatro paginas mecanografiadas.

Madrid, 17 octubre 1.975

BERNARDO UNGRIA

p.p.

10

15

20

25

30