

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10 ES	11 21	NOMBRE 455839	10 AI
22	FECHA DE PRESENTACION 11 FEB. 1977		

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
5611/76	12 de Febrero de 1976	Gran Bretaña
16779/76	26 de abril de 1976	Gran Bretaña

47 FECHA DE PUBLICIDAD	31 CLASIFICACION INTERNACIONAL	32 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B01F	

64 TITULO DE LA INVENCION

"Procedimiento para preparar una solución acuosa de compuestos esencialmente insolubles en agua".

71 SOLICITANTE (S)

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Imperial Chemical House, Millbank, Londres S.W.1., Inglaterra

72 INVENTOR (ES)

DAVID JOHN BOOTH, JOHN ALWYN HALL.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

GOMEZ ACEBO

Esta invención se relaciona con un procedimiento de solubilización y, más particularmente, con un procedimiento para preparar soluciones acuosas de compuestos orgánicos esencialmente insolubles en agua utilizando ciertos surfactantes no iónicos como agentes solubilizantes.

Ya es sabido que los compuestos orgánicos que son insolubles o escasamente solubles en agua, pueden ponerse en solución acuosa mediante el empleo de surfactantes adecuados. En general, los surfactantes iónicos han sido utilizados para esta finalidad, habiendo sido poco utilizados los surfactantes no iónicos.

De acuerdo con la presente invención se proporciona un procedimiento para la preparación de soluciones acuosas de compuestos esencialmente insolubles en agua, en donde como agentes solubilizantes se utiliza un surfactante no iónico que comprende un radical hidrófobo enlazado a una cadena polioxietileno, estando interrumpida al azar dicha cadena polioxietileno por grupos distintos al oxietileno.

Los surfactantes utilizados en el proceso antes definido, se obtienen por adición de óxido de etileno, en mezcla con una proporción menor de uno o más compuestos que son copolimerizables con el mismo, a un compuesto orgánico hidrófobo que contiene al menos un átomo de hidrógeno reactivo y que se utiliza convencionalmente como componente hidrófobo de los surfactantes a base de óxido de alquileo. Ejemplos de tales compuestos orgánicos hidrófobos que contienen al menos un átomo de hidrógeno reactivo, son los alquifenoles, tales como octilfenoles y nonilfenoles, alcoholes alifáticos saturados o insaturados que contienen de 6 a 22 átomos de carbono tales como 2-etilhexanol, *n*-octanol, alcohol laurílico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol cetílico, y mezclas de alcoholes sintéticos esencialmente lineales.

les obtenidos por hidrocarbonilación de olefinas (alcoholes "oxo"), ejemplos típicos de los cuales son las mezclas de alcoholes $C_7 - C_9$ y mezclas de alcoholes $C_{13} - C_{15}$; ácidos monocarboxílicos alifáticos, saturados o insaturados, que contienen de 12 a 22 átomos de carbono, tales como los ácidos láurico, palmítico, esteárico, oleico, linoléico, linolénico, behénico y mezclas de estos ácidos grasos, particularmente aquellas mezclas que se obtienen a partir de la saponificación de grasas y aceites animales y vegetales; mono- y di-gliceridos de ácidos grasos tales como los que se obtienen por transesterificación de gliceridos de origen natural con glicerol o por esterificación parcial directa de glicerol con uno o más de los ácidos carboxílicos mencionados anteriormente, y también los ésteres grasos que contienen grupos hidroxilo, por ejemplo aceite de ricino, Span 80, Opal wax; monomercaptanos alifáticos que contienen de 6 a 22 átomos de carbono, tales como N-dodecil, terc-dodecil, hexadecil, hexadecenil, n-tetradecil, y terc-tetradecilmercaptan; aminas primarias y secundarias, alifáticas, saturadas o insaturadas, que contienen de 8 a 22 átomos de carbono, tales como octilamina, esteárilamina, oleilamina y mezclas de aminas tales como cocoamina (esencialmente $C_8 - C_{18}$) y amina de sebo (esencialmente C_{14} a C_{18}) que se derivan de los ácidos grasos de origen natural de aceite de coco y sebo; alquilamidas grasas tales como la dietanolamida de ácido láurico.

Los surfactantes no iónicos preferidos, utilizados como agentes solubilizantes, son aquellos en donde el grupo hidrófobo es el residuo de un éster de ácido graso que contiene un grupo hidroxilo. El grupo hidroxilo puede encontrarse en la parte ácido graso de la molécula como, por ejemplo, en el aceite de ricino y aceite de ricino hidrogenado (opal wax) o puede encon-

trarse en el componente alcohólico del éster como, por ejemplo, en un glicerido parcialmente esterificado preparado por transesterificación de un glicerido de origen natural con glicerol o por esterificación parcial de glicerol con un ácido graso.

5 Los residuos de aceite de ricino y aceite de ricino hidrogenado son particularmente preferidos como grupos hidrófobos.

 Ejemplos de compuestos que son copolimerizables con óxido de etileno y que se utilizan en mezcla con el mismo, para su adición a un compuesto que contiene hidrógeno reactivo como anteriormente se ha definido, son los óxidos de alquileno tal como
10 óxido de propileno, epiclorhidrina, óxido de 1,2-butileno, óxido de 2,3-butileno, oxíciclobutano y oxíciclobutanos sustituidos, tetrahidrofurano y óxido de estireno y/o una lactona que contiene de 3 a 6 átomos de carbono en el anillo.

15 Ejemplos de lactonas adecuadas son β -propiolactona, ϵ -caprolactona, γ -valerolactona y, con preferencia, γ -butirolactona.

 Compuestos copolimerizables con óxido de etileno para proporcionar grupos al azar en la cadena polioxietileno, que son
20 particularmente preferidos, son el óxido de propileno y las lactonas, en especial gamma-butirolactona.

 El compuesto que contiene hidrógeno reactivo se hace reaccionar con óxido de etileno y con al menos otro compuesto que es copolimerizable con óxido de etileno para proporcionar interrupciones al azar en la cadena polioxietileno, en presencia de
25 un catalizador alcalino o ácido. Catalizadores alcalinos adecuados son, por ejemplo, hidróxido de potasio, metóxido sódico, e hidróxido sódico. Los catalizadores ácidos que pueden ser empleados son, por ejemplo, ácidos de Lewis tales como cloruro de aluminio, cloruro férrico, cloruro de zinc o, preferiblemente, tri
30

fluoruro de boro. Este último compuesto se utiliza preferiblemente en forma de su complejo con éter dietílico, el denominado eterato de trifluoruro de boro. La temperatura de reacción está comprendida generalmente entre 50 y 150°C. El catalizador puede ser neutralizado por adición de un ácido o álcali, tal como sea necesario, después de haberse completado la reacción.

La reacción se puede efectuar mezclando todos los reactivos y catalizador entre sí y calentando entonces a la temperatura deseada de reacción o, alternativamente, se pueden mezclar el compuesto hidrófobo y el catalizador, con lo cual se calienta a la temperatura de reacción deseada y se añaden continuamente a la mezcla de reacción el óxido de etileno y el compuesto que proporciona los residuos que interrumpen la cadena polioxi-etileno, o mediante mezclado del compuesto hidrófobo, el modificador que suministra los residuos de interrupción y catalizador, calentando entonces a la temperatura de reacción deseada y añadiendo el óxido de etileno continuamente a la mezcla de reacción.

En ciertos casos, el compuesto que contiene hidrógeno reactivo puede ser generado in situ y reaccionado con el óxido de etileno y otro compuesto o compuestos en una sola etapa. De este modo, un éster graso libre de átomos de hidrógeno reactivo, glicerol, óxido de etileno, uno o más compuestos que son copolimerizables con el mismo y un catalizador, pueden hacerse reaccionar entre sí, con lo cual el éster graso experimenta una transesterificación con el glicerol para dar un glicerido o mezcla de gliceridos que tiene al menos un átomo de hidrógeno reactivo, reaccionándose entonces adicionalmente dicho glicerido o mezcla de gliceridos con el óxido de etileno y otro componente o componentes para proporcionar un surfactante adecuado para utilizarse según la presente invención. Los surfactantes derivados de

ésteres grasos, γ -butirolactona y óxido de etileno, son nuevos compuestos y forman una característica adicional de la presente invención.

5 La relación del número de moles de compuesto o compuestos copolimerizables con óxido de etileno al número de moles de óxido de etileno mismo, es del orden de 1:100 a 1:2, preferiblemente de 1:50 a 1:5. Es decir, la relación de otros grupos que interrumpen al azar la cadena polioxietileno a los grupos oxietileno presentes en la cadena polioxietileno.

10 La solubilización del compuesto esencialmente insoluble en agua se efectúa disolviendo o mezclando el material insoluble en el surfactante y diluyendo la solución/mezcla con agua. La solubilización es de carácter micelar y la concentración final del surfactante debe ser superior a la concentración micelar crítica (CMC) del mismo. Normalmente, dicha concentración es bastante superior a esta última. La concentración de surfac-
15 tante será generalmente de 0,1 a 10% en peso con respecto al peso de agua. Para una explicación del valor CMC y su relación con la solubilización, se hace referencia al capítulo 17 de
20 "Non-ionic Surfactants", editado por Martín J. Schick, publicado en 1967 por Edward Arnold Publishers (Ltd.) Londres.

Los surfactantes particulares empleados en la realización de la presente invención son de 2 a 3 veces tan eficaces, sobre una base de peso/peso como los materiales hasta el presente uti-
25 lizados con fines de solubilización. De este modo, la cantidad de surfactante requerido para solubilizar una cantidad dada de material insoluble, puede reducirse considerablemente. Sin con-
ello intentar ligarse a ninguna teoría en particular de como surge este efecto de solubilización realizado, es posible que la
30 geometría regular de la cadena polioxietileno se interrumpa por

la introducción en puntos al azar de la cadena de otros grupos, reduciendo la regularidad de la estructura micelar en solución acuosa y creando vacíos en los cuales pueden fijarse las moléculas a solubilizar. Por consiguiente, se considera en principio que cualquier grupo o grupos que destruyan la regularidad de la cadena polioxietileno, pueden ser incorporados en la cadena para conseguir el efecto deseado, si bien algunos serán más eficaces que otros.

El método de la presente invención es especialmente útil para la solubilización de aceites esenciales y de vitaminas solubles en aceites (por ejemplo, palmitato de vitamina A) y de este modo encuentra aplicación en los campos de fabricación de cosméticos y en la incorporación de vitaminas en alimentos animales. Sin embargo, la invención no queda limitada a estos campos y se puede utilizar igualmente para la solubilización de aceites minerales y otros aceites de ésteres de cadena larga y de muchos otros materiales considerados normalmente como insolubles en agua o prácticamente insolubles en agua. La invención no se limita a la solubilización de compuestos orgánicos en agua; pudiéndose solubilizar también del modo usual los compuestos inorgánicos.

Podrá llegarse a la conclusión de que el grado de solubilización de cualquier compuesto esencialmente insoluble en agua, particular, conseguida con diferentes surfactantes que caen dentro del amplio alcance de la invención, variará y será evidente que puede ser necesario algún simple experimento para establecer los surfactantes específicos que proporcionan la solubilización óptima para cualquier compuesto esencialmente insoluble en agua particular. De este modo, en la solubilización de palmitato de vitamina A es preferible utilizar un surfactante en donde el re

siduo hidrófobo sea el residuo de aceite de ricino hidrogenado y que exista, unidas a los grupos hidroxilo del mismo, cadenas polioxietileno de un total de 20 a 30 proporciones molares de óxido de etileno interrumpidas al azar por residuos γ -butirolactona en una proporción de 0,5 a 1,5 proporciones molares. Un surfactante de este tipo, particularmente preferido, contiene un total de 25 proporciones molares de residuos óxido de etileno en cadena polioxietileno interrumpida por una proporción molar de residuos γ -butirolactona.

Similarmente, en la solubilización de aceites esenciales es preferible utilizar un surfactante en donde el residuo hidrófobo sea aceite de ricino hidrogenado que tiene, unidas a los grupos hidroxilo del mismo, cadenas polioxietileno de un total de 40 a 60 proporciones molares de óxido de etileno interrumpidas por residuos γ -butirolactona en una proporción molar de 2 a 5. Un surfactante de este tipo, particularmente preferido, contiene un total de 40 proporciones molares de óxido de etileno y 3 proporciones molares de γ -butirolactona.

Todas las proporciones molares de los dos párrafos precedentes son relativas a una proporción molar de residuo hidrófobo.

La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos en los cuales las partes y porcentajes se ofrecen en peso:

Ejemplo 1

En un autoclave de acero inoxidable, acoplado con una línea de alimentación de gas, un agitador de paletas, serpentín de calentamiento/enfriamiento, termómetro y una válvula de liberación de presión, y calentado en un baño de aceite, se cargan 200 partes de Opal wax (aceite de ricino hidrogenado), 17,2 partes de γ -butirolactona y 1,3 partes de metóxido sódico. La

presión del autoclave se reduce a 200 milímetros de mercurio - aproximadamente, se pasa nitrógeno a través de la línea de alimentación de gas y la temperatura del contenido se eleva a 150°C. Por la línea de alimentación de gas, se añaden entonces 220 partes de óxido de etileno tan pronto como se presenta la reacción, manteniéndose la temperatura en 150-160°C y no permitiéndose que la presión del autoclave supere los 2,8 kg/cm². relativos. Una vez terminada la reacción, se purga el autoclave con nitrógeno, se enfría a 80°C. y se descarga el producto. El catalizador se separa añadiendo 40 partes de agua, pasando dióxido de carbono a través del material hasta que el pH cae a 8 aproximadamente y separando el agua en cualquier γ -butirolactona sin reaccionar por destilación a una presión de 20 mm de mercurio y una temperatura de 160°C durante 30 minutos. Después de enfriar a 50°C, se filtra el producto, teniendo un índice de saponificación de 97 mg KOH/g y un índice hidroxilo de 90 mg KOH/g.

El producto, mezclado con 1,2 veces su peso de palmitato de vitamina A y diluido con un peso de agua igual a 20 veces el peso de surfactante, proporciona una solución micelar opalescente, donde a través de una capa de 2 cm de la misma podría verse fácilmente el filamento de una pequeña bombilla eléctrica de 6 voltios. Aumentando la relación de palmitato de vitamina A/surfactante a 1,25/1 se obtiene, tras la dilución con agua, una dispersión no transparente.

Ejemplo 2

Siguiendo el método descrito en el ejemplo 1, se prepara un condensado a partir de 200 partes de aceite de ricino, 56 partes de γ -butirolactona y 352 partes de óxido de etileno, utilizando 1,9 partes de metóxido sódico como catalizador.

El producto tiene un índice de saponificación de 104 mg.

KOH/g y un índice hidroxilo de 113 mg KOH/g; el mismo solubiliza 1,5 veces su propio peso de aceite de eucaliptus.

Ejemplo 3 (ejemplo comparativo)

5 Se prepara un condensado haciendo reaccionar 200 partes de aceite de ricino con 352 partes de óxido de etileno usando el método general descrito en el ejemplo 1. El producto solubili-
liza 0,4 veces su propio peso de palmitato de vitamina A y 0,8 veces su propio peso de aceite de eucaliptus, es decir solamente 1/3 y justo por encima de 1/2, respectivamente, de los pesos
10 de estos materiales solubilizados por un surfactante según la invención, utilizando el criterio de solubilidad descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo 4

15 Se prepara un condensado por el método general descrito en el ejemplo 1 a partir de 200 partes de aceite de ricino, 528 partes de óxido de etileno y 92,8 partes de óxido de propileno, empleando 2 partes de hidróxido sódico como catalizador.

El producto solubiliza 1,2 veces su propio peso de aceite de eucaliptus.

20 Ejemplo 5

25 Siguiendo el método descripto en el ejemplo 1, se prepara un condensado a partir de 321 partes de Span 80 (Atlas; un mg nolaurato de sorbitan comercial), 258 partes de ϵ -butirolactona y 660 de óxido de etileno utilizando metóxido sódico como catalizador. El producto tenía un índice de saponificación de 124 mg KOH/g y un índice hidroxilo de 116 mg KOH/g. El producto solubiliza 1,4 veces su propio peso de aceite de eucaliptus.

Tween 80, un etoxilato comercial preparado por condensación de un mol de Span 80 con unos 20 moles de óxido de etileno,

solubiliza solamente la mitad aproximadamente de su propio peso de aceite de eucaliptus.

Ejemplos 6 a 15

5 Se prepara una serie de surfactantes utilizando el método del ejemplo 1 con aceite de ricino hidrógenado (opal wax) como
mitad hidrofoba y γ -butirolactona como compuesto proporcionador
de los residuos que interrumpen la cadena polioxietileno. La se-
rie varía en cuanto a las proporciones de óxido de etileno y
10 butirolactona utilizadas, y, por lo tanto, en la longitud de la
cadena polioxietileno y en la proporción de residuos butirolac-
tona en la cadena.

La composición de los diversos surfactantes, en términos
de proporciones molares de los otros componentes a una propor-
ción molar de opal wax (ejemplos 6-15), se ofrece en la columna
15 de la izquierda de la tabla 1. Las otras columnas de la tabla
proporcionan las cantidades óptimas de ciertos aceites esencia-
les que pueden ser solubilizados mediante el empleo de los res-
pectivos surfactantes.

20 Las cantidades óptimas de los aceites esenciales especí-
ficos que podían solubilizarse, se determinan utilizando el si-
guiente método.

En cada uno de una serie de tubos de ensayo adecuadamente
clasificados por tamaño, se miden 10 partes de surfactante. En
cada tubo, se introduce entonces el aceite esencial a ensayar
25 en una cantidad suficiente para proporcionar una gama de concen-
traciones que cubran el grado óptimo de solubilización, por ejem-
plo una cantidad de 2 a 15 partes en etapas de una parte en una
serie de tubos.

30 Se mezclan los contenidos de cada tubo, con suave calenta-
miento si ello se requiere, y a continuación se añade suficien-

te agua a cada uno de los tubos para proporcionar una solución al 5% peso/volumen basado en el surfactante. Las soluciones se examinan entonces con respecto a la claridad de las mismas. Puesto que las soluciones micelares pueden proporcionar una dispersión considerable de luz a partir de las micelas mientras que todavía transmiten luz, el ensayo de claridad se efectúa examinando el filamento de una pequeña bombilla de 6 voltios a través de una capa de solución de 1 cm de espesor. Cuando el filamento puede verse, la solubilización se considera satisfactoria y la concentración más elevada de aceite esencial a la cual podría verse el filamento se registra como el límite de solubilización, expresándose el resultado en la tabla como partes de aceite esencial solubilizadas por 10 partes de surfactante.

Se utiliza un metodo similar para registrar la solubilidad expresada en los ejemplos 1 a 5.

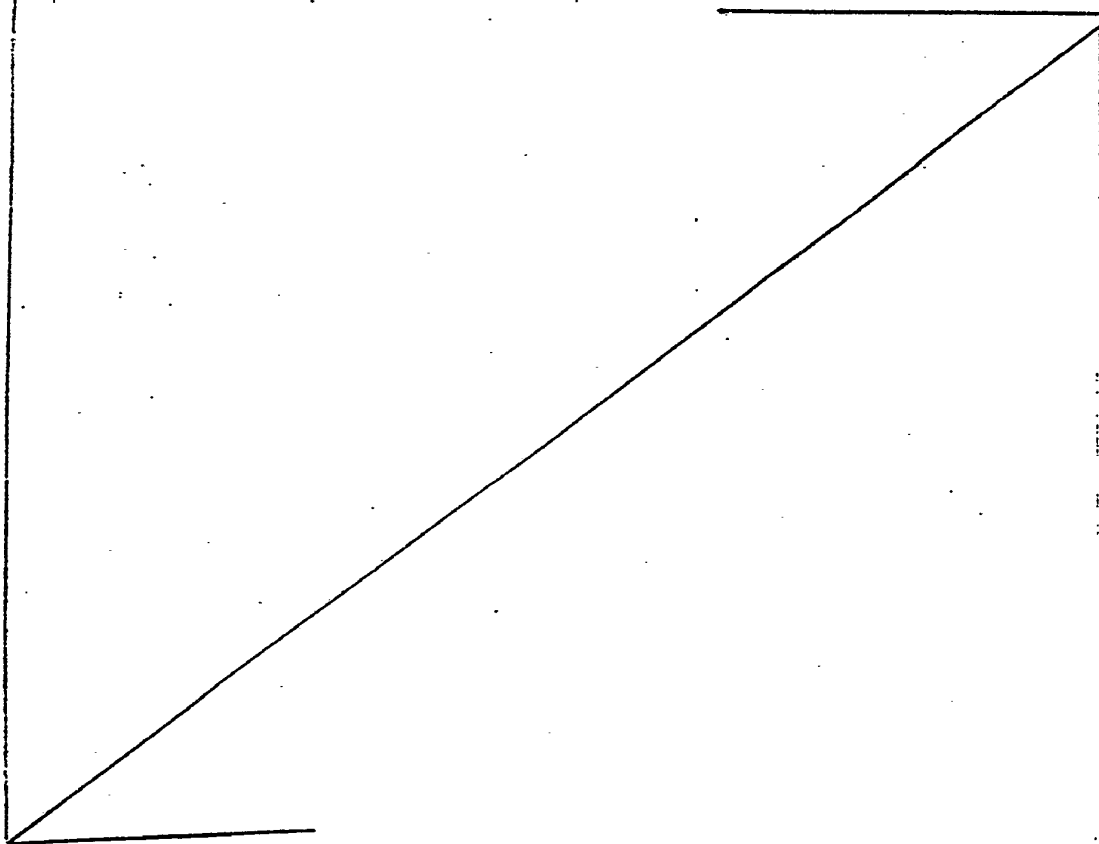


Tabla I

Ejemplo	Surfactante Proporciones mol lares de lactona y O.E. a i mol de Opal Wax	Cantidad (g) de aceite esencial solubilizado				
		Violeta	de naranja	de ca ofi- cinal	Bergan- ge des- tilada	Aceite de alca ravea
6	1 Lactona 25 O.E.	4	4	5	7	5
7	1 Lactona 50 O.E.	9	8	7	11	6
8	3 Lactona 25 O.E.	5	5	6	11	6
9	3 Lactona 40 O.E.	12	11	9	12	9
10	3 Lactona 50 O.E.	12	12	11	12	10
11	3 Lactona 60 O.E.	12	10	11	12	10
12	5 Lactona 40 O.E.	9	12	11	12	10
13	5 Lactona 50 O.E.	9	13	13	12	11
14	5 Lactona 60 O.E.	9	10	12	11	11
15	7 Lactona 60 O.E.	7	13	14	9	11

por 10 g de surfactante en el punto final empírico.

Esencia de menta Poulriot	Aceite de Clavo	Freesol	Esencia de Tlmo Blanc	Esencia de menta Spearmint	Aceite de Lavanda	Aceite de hojas de pino
5	3	16	5	6	7	4
8	6	14	5	9	10	7
7	3	12	3	7	8	3
11	5	16	6	11	12	11
11	5	20	6	11	12	14
10	6	15	6	12	12	12
11	5	15	6	10	11	12
12	5	15	6	10	11	12
11	5	14	6	11	11	10
10	4	12	6	9	9	9

Tabla I

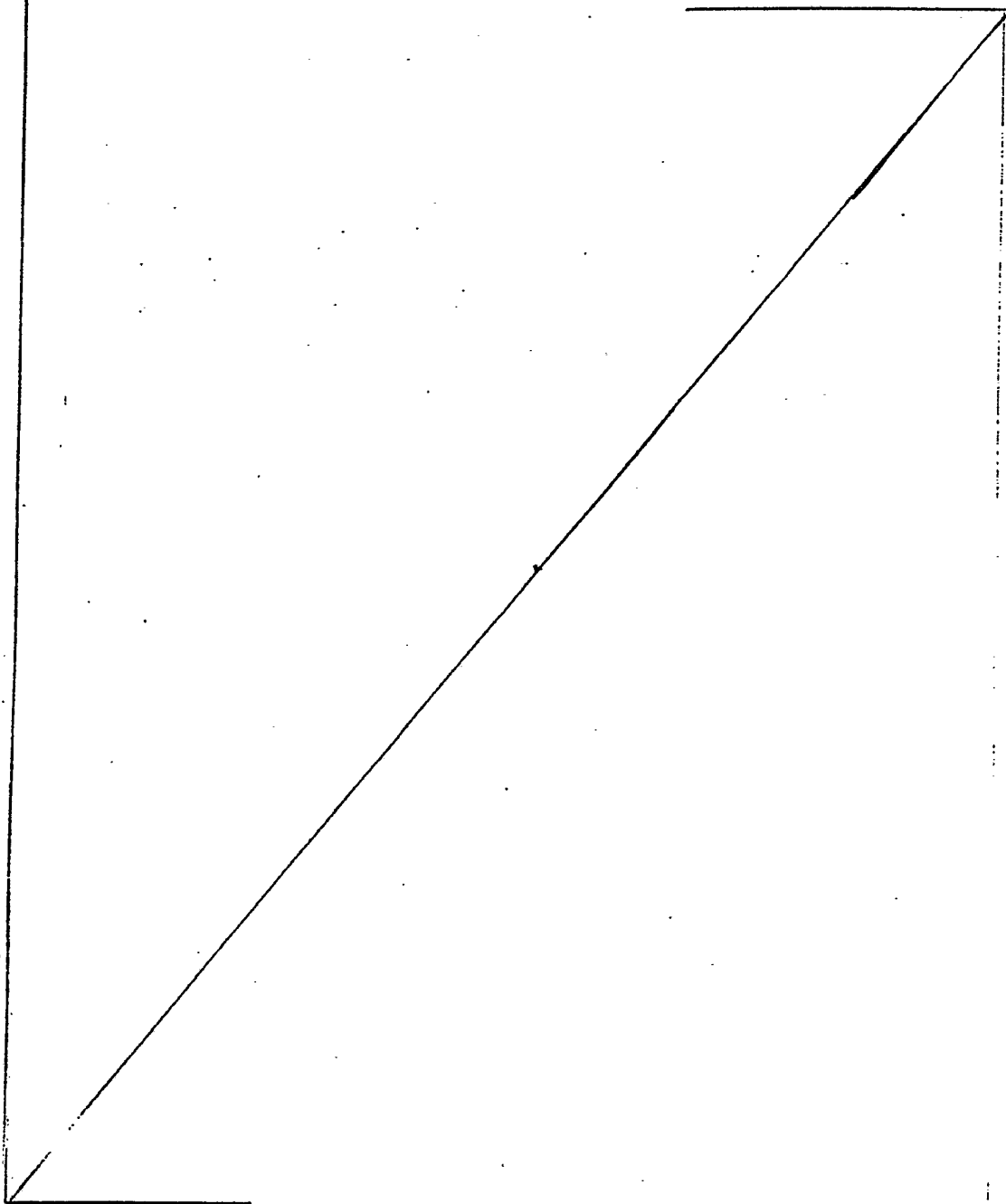
Ejemplo	Surfactante Proporciones mo- lares de lacto- na y O.E. a 1 mol de Opal Wax	Cantidad (g) de aceite esencial solubilizado				
		Violeta	Aceite de naranja	Esencia dolmáti- ca ofi- cinal	Esencia Bergan- ge des- tilada	Aceite de alca- ravea
6	1 Lactona 25 O.E.	4	4	5	7	5
7	1 Lactona 50 O.E.	9	8	7	11	6
8	3 Lactona 25 O.E.	5	5	6	11	6
9	3 Lactona 40 O.E.	12	11	9	12	9
10	3 Lactona 50 O.E.	12	12	11	12	10
11	3 Lactona 60 O.E.	12	10	11	12	10
12	5 Lactona 40 O.E.	9	12	11	12	10
13	5 Lactona 50 O.E.	9	13	13	12	11
14	5 Lactona 60 O.E.	9	10	12	11	11
15	7 Lactona 60 O.E.	7	13	14	9	11

por 10 g de surfactante en el punto final empírico.

Esencia de menta Pouliot	Aceite de Clavo	Freesol	Esencia de Timo Blanc	Esencia de menta Spearmint	Aceite de Lavanda	Aceite de hojas de pino
5	3	16	5	6	7	4
8	6	14	5	9	10	7
7	3	12	3	7	8	3
11	5	16	6	11	12	11
11	5	20	6	11	12	14
10	6	15	6	12	12	12
11	5	15	6	10	11	12
12	5	15	6	10	11	12
11	5	14	6	11	11	10
10	4	12	6	9	9	9

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificación de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5



REIVINDICACIONES:

5 1.- Procedimiento para preparar una solución acuosa de compuestos esencialmente insolubles en agua, caracterizado por que como agentes solubilizantes se utiliza un surfactante no iónico que comprende un radical hidrófobo enlazado a una cadena polioxietileno, estando interrumpida al azar la cadena polioxietileno por grupos distintos al grupo oxietileno.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque en el surfactante no iónico, el radical hidrófobo es el residuo de un éster de ácido graso que contiene un grupo hidroxilo.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el radical hidrófobo es el residuo de aceite de ricino o de aceite de ricino hidrogenado.

15 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en el surfactante no iónico los grupos que interrumpen al azar la cadena polioxietileno, son el residuo de óxido de propileno o de una lactona que contiene de 3 a 6 átomos de carbono en el anillo.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque los grupos son los residuos de γ -butirolactona.

25 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque, en el surfactante no iónico, la relación molar de grupos que interrumpen la cadena polioxietileno a los grupos oxietileno es del orden de 1:100 a 1:2.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación molar es de 1:50 a 1:5.

30 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solubilización se efectúa disolviendo o mezclando el compuesto esencialmente insoluble

ble en agua en el surfactante no iónico y diluyendo la solución o mezcla con agua.

5 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el compuesto esencialmente insoluble en agua es un aceite esencial o una vitamina soluble en aceites.

10 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el compuesto esencialmente insoluble en agua es palmitato de vitamina A y el surfactante no iónico es aceite de ricino hidrogenado que tiene, unidas a los grupos hidroxilo del mismo, cadenas polioxietileno de un total de 10 a 30 proporciones molares de óxido de etileno interrumpidas al azar por residuos γ -butirolactona en una proporción de 0,5 a 1,5 proporciones molares.

15 11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque en el surfactante están presentes 25 proporciones molares de óxido de etileno y 1 proporción molar de γ -butirolactona.

20 12.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el compuesto esencialmente insoluble en agua es un aceite esencial y el surfactante no iónico es aceite de ricino hidrogenado que tiene, unidas a los grupos hidroxilo del mismo, cadenas polioxietileno de un total de 40 a 60 proporciones molares de óxido de etileno, interrumpidas por residuos γ -butirolactona en una proporción molar de 2 a 5.

25 13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque en el surfactante existen 40 proporciones molares de óxido de etileno y 3 proporciones molares de γ -butirolactona.

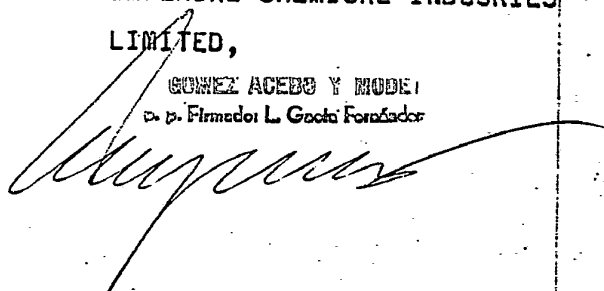
30 14.- Procedimiento para preparar una solución acuosa de

de compuestos esencialmente insolubles en agua, tal y como que
da sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 17 hojas escritas a máquina por
una sola cara.

Madrid, 11 FEB. 1977
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES
LIMITED,

GONZALEZ ACEBO Y MODEI
D. P. Firmador L. Goetz Forñador

A large, stylized handwritten signature in dark ink, written over the typed name of the firm and the name of the signatory.