

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 754 024**

51 Int. Cl.:

**C07H 13/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.05.2003 PCT/US2003/16614**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.12.2003 WO03099837**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.05.2003 E 03729149 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2019 EP 1507788**

54 Título: **Composiciones de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado**

30 Prioridad:

**28.05.2002 US 156479**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**15.04.2020**

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)  
One Procter & Gamble Plaza  
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**SCHAEFER, JARED, JOHN y  
TROUT, JAMES, EARL**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

ES 2 754 024 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composiciones de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado

**5 Breve descripción de la invención**

Esta invención se refiere a la producción de poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados. Más especialmente, esta invención se refiere a poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados obtenidos mediante procesos que incluyen etapas de purificación acuosa y basada en alcohol.

10

**Antecedentes de la invención**

Como resultado de sus propiedades físicas, los poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados se utilizan comúnmente como emulsionantes y tensioactivos en diversas composiciones de alimentos, bebidas y cosméticos. En la técnica existen diversas técnicas para la síntesis de estos poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados.

15

La patente US-4.927.920, concedida a Wagner y col. describe un proceso para la producción de ésteres de azúcar con un grado de sustitución de menos de dos haciendo reaccionar un azúcar, un disolvente orgánico, y un éster de azúcar con un grado de sustitución superior a dos. La recuperación de los disolventes se produce a una temperatura inferior a la temperatura de destilación del disolvente orgánico.

20

La patente US-4.996.309, concedida a Matsumoto y col. describe un proceso de preparación de ésteres de ácido graso de sacarosa por reacción de sacarosa y ésteres de alquilo de ácido graso en presencia de un catalizador. Los ésteres de sacarosa resultantes se recogen y lavan con una solución ácida.

25

En EP 0434117 se describe un proceso para el refinado de producto de reacción de poliéster de ácido graso de poliol bruto que contiene jabón.

En EP 0319092 se describe un método de purificación de poliésteres de ácido graso de poliol bruto, en concreto de poliésteres de azúcar

30

En US-4.954.621 se describe un proceso para la producción de un poliéster de ácido graso de sacarosa que comprende la reacción de sacarosa con éster(es) de alcohol inferior de ácido graso en un disolvente en presencia de un catalizador alcalino

35

En US-5.580.966 se describe un proceso para la producción de poliéster(es) de ácido graso de poliol haciendo reaccionar una mezcla de reactivo de poliol, un éster de alquilo inferior de ácido graso, un catalizador de transesterificación y un emulsionante de jabón de metal alcalino

40

En US-4.611.055 se describe un proceso para la producción de poliéster(es) de ácido graso de sacarosa calentando una mezcla fundida de sacarosa, éster de alquilo inferior de ácido graso, catalizador de transesterificación, jabón de metal alcalino de ácido graso y/o éster de ácido graso de sacarosa

En WO/9948946 se describe un procedimiento para sintetizar poliésteres de ácido graso de poliol.

45

En WO 9806731 se describe un proceso para la preparación de poliésteres de poliol útiles como sustitutos de grasa no digerible.

Aunque los procesos convencionales para la fabricación de poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados tienen utilidades conocidas, presentan varias deficiencias, las más importantes de las cuales son el mal control de la reacción y la necesidad de utilizar técnicas de purificación costosas, complejas y continuas. De forma adicional, estos procesos conocidos no permiten predecir con precisión ni controlar de manera constante la composición exacta del producto terminado sin el uso de procedimientos complejos de muestreo y modificación de control durante toda la duración de la reacción.

50

Estos procesos conocidos tienen también el inconveniente de que no permiten controlar con precisión el grado promedio de esterificación en las composiciones finales de poliéster de poliol parcialmente esterificados. Además, las composiciones de poliéster de poliol parcialmente esterificado producidas mediante estas técnicas de síntesis conocidas contienen, típicamente, niveles inaceptables de impurezas, tales como disolvente, poliol, ésteres de alquilo inferiores, ceniza, jabón, ácidos grasos libres y otros subproductos de reacción no deseados.

55

Estas limitaciones han limitado hasta ahora la aplicabilidad industrial y la comercialización rentable de estos compuestos en diversas aplicaciones de alimentos, bebidas, fármacos y cosméticos.

60

Por tanto, es un objetivo de la presente invención proporcionar procesos para la síntesis de poliésteres de poliol parcialmente esterificados y purificados que permitan la producción de poliésteres de poliol con el grado de pureza

65

necesario para su habitual incorporación a diversas aplicaciones industriales y comerciales. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar composiciones de poliéster de poliol parcialmente esterificado y purificado con un grado de pureza suficiente para su uso en diversas aplicaciones industriales y comerciales. Otro objetivo más de la presente invención es proporcionar procesos para la producción de poliésteres de poliol purificados que sean eficaces, rentables y requieran menos purificación que los conocidos y empleados en la técnica.

### Resumen de la invención

La presente invención se refiere a procesos para la producción de poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados y a las composiciones elaboradas a partir de estos procesos. Más especialmente, esta invención se refiere a procesos para preparar poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados que incluyen procesos de purificación acuosa y basada en alcohol. Los poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados de la presente invención son especialmente adecuados para usar en diversas aplicaciones de alimentos, bebidas, fármacos y cosméticos, y comprenden menos de aproximadamente 5 % de poliol; menos de aproximadamente 5 ppm de disolvente residual; menos de aproximadamente 700 ppm de ésteres de alquilo inferiores; menos de aproximadamente 5 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre; menos de aproximadamente 3 % de ceniza; y un valor ácido de menos de aproximadamente 6. En una realización preferida de la presente invención, el poliéster de poliol parcialmente esterificado y purificado es un poliéster de sacarosa parcialmente esterificado y purificado que comprende menos de aproximadamente 4 % de sacarosa; menos de aproximadamente 3 ppm de disolvente residual; menos de aproximadamente 700 ppm de ésteres de alquilo inferiores; menos de aproximadamente 5 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre; menos de aproximadamente 3 % de ceniza; y un valor ácido de menos de aproximadamente 4.

### Descripción detallada de la invención

La presente invención abarca procesos de esterificación para la producción de poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados, en concreto poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y altamente purificados. La presente invención se describirá a continuación en detalle con referencia a realizaciones concretas.

#### A. Definiciones

A lo largo de esta descripción se hace referencia a diversas publicaciones y patentes. Salvo que se indique lo contrario, todos los porcentajes y relaciones son valores calculados en peso. Todos los porcentajes y relaciones son valores calculados referidos a la composición seca total salvo que se indique lo contrario.

Todos los niveles de un componente o composición se refieren al nivel activo de dicho componente o composición excluidas las impurezas, por ejemplo, disolventes residuales o subproductos, que pueden estar presentes en las fuentes comerciales disponibles.

En la presente memoria se hace referencia a nombres comerciales de componentes, incluidos diferentes ingredientes utilizados en la presente invención. Los inventores de la presente invención no pretenden limitarse a materiales con un determinado nombre comercial. En las composiciones, kits y métodos de la presente invención se pueden sustituir y utilizar materiales equivalentes (*p. ej.*, los obtenidos de una fuente diferente con un nombre o número de catálogo diferente) a los mencionados mediante nombre comercial.

Como se utiliza en la presente memoria, y salvo que se indique lo contrario, el uso de un intervalo numérico para indicar el valor de una variable determinada no debe entenderse como limitado solamente a puntos concretos de ese intervalo mencionado. El experto en la técnica apreciará que el uso de un intervalo numérico para indicar el valor de una variable incluye no solo los valores que limita el intervalo indicado, sino también todos los valores y subintervalos contenidos en él. A manera de ejemplo, considérese la variable X que se describe con un valor en el intervalo de A a B. El experto en la técnica entenderá que la variable X incluye todos los valores enteros y no enteros limitados por el citado intervalo de A a B. Además, el experto en la técnica apreciará que el valor de la variable también incluye todas las combinaciones y/o permutaciones de los subintervalos limitados por los valores enteros y no enteros comprendidos de A a B, ambos incluidos.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “poliéster de poliol parcialmente esterificado” incluye los ésteres del poliol que tienen un grado de esterificación superior al grado de esterificación del poliol, pero inferior al grado de esterificación del poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado. Como se utiliza en la presente memoria, el término “grado de esterificación” se refiere al porcentaje medio de grupos hidroxilo de una composición de poliol que se han esterificado.

En una realización de la presente invención, el poliol es sacarosa que tiene ocho grupos hidroxilo. El poliéster de sacarosa parcialmente esterificado tiene un grado de esterificación de menos de aproximadamente 50 %, preferiblemente menos de aproximadamente 40 %, más preferiblemente menos de aproximadamente 30 %, con máxima preferencia menos de aproximadamente 15 %. Como se utiliza en la presente memoria, el cálculo del grado de esterificación no incluye los compuestos de poliol no esterificados que pueden estar presentes.

En la descripción de la invención se describen varias realizaciones y/o características individuales. Como resultará evidente para el técnico en la materia, puede realizarse cualquier combinación de estas realizaciones y características para obtener ejecuciones preferidas de la presente invención.

5 B. Procesos de síntesis de composiciones de poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados

En general, los procesos de preparación de poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados de la presente invención comprenden las etapas de formar un producto de reacción inicial a partir de una mezcla de reacción inicial; formar un producto de reacción secundario haciendo reaccionar el producto de reacción inicial en presencia de una mezcla de reacción secundaria; opcionalmente, neutralizar el resto del catalizador; opcionalmente, formar un producto de reacción terciaria para recuperar los componentes de la reacción (p. ej., disolvente) mediante procesos como evaporación; y purificar el producto de reacción terciaria y eliminar las impurezas aisladas y/o componentes sin reaccionar.

15 i) Producto de reacción inicial

Se forma un producto de reacción inicial haciendo reaccionar una mezcla de reacción inicial en una atmósfera inerte, durante un periodo de tiempo en el intervalo de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 6 horas, y a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 140 °C.

La mezcla de reacción inicial comprende una primera parte de poliol, un poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado, un disolvente y un catalizador. Preferiblemente, la relación molar del catalizador al poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado está en el intervalo de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 10:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 5:1, aún más preferiblemente de aproximadamente 0,25:1 a aproximadamente 1:1, con máxima preferencia en el intervalo de aproximadamente 0,4:1 a aproximadamente 0,6:1. Preferiblemente la relación de peso del disolvente al peso combinado de la primera parte de poliol, el ácido graso de éster de poliol altamente esterificado, y el catalizador está en el intervalo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 10:1, con máxima preferencia en el intervalo de aproximadamente 4:1 a aproximadamente 6:1. La relación molar de poliol a poliésteres de poliol altamente esterificados está en el intervalo de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 3:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 2:1.

En una realización de la presente invención el poliol es sacarosa y el poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado es poliéster de sacarosa con un grado de esterificación de aproximadamente 95 %.

Como se utiliza en la presente memoria, el término "poliol" debe entenderse como inclusivo de cualquier compuesto alifático o aromático que contenga al menos dos grupos hidroxilo libres. Al llevar a la práctica los procesos dados a conocer según la presente invención, la selección de un poliol adecuado es simplemente una cuestión de elección. Por ejemplo, los polioles adecuados pueden seleccionarse de las siguientes clases: alifáticos lineales de cadena lineal y ramificada saturados e insaturados; alifáticos cíclicos saturados e insaturados, incluidos alifáticos heterocíclicos; o aromáticos mononucleares o polinucleares, incluidos aromáticos heterocíclicos. Los carbohidratos y glicoles son polioles ilustrativos. Los glicoles especialmente preferidos incluyen glicerina. Monosacáridos adecuados para su uso en la presente memoria incluyen, por ejemplo, manosa, galactosa, arabinosa, xilosa, nevadura, apiosa, rhamnosa, psicosa, fructosa, sorbosa, tagatosa, ribulosa, xilulosa e eritrolulosa. Oligosacáridos adecuados para su uso en la presente invención incluyen, por ejemplo, maltosa, kojibiosa, nigerosa, celobiosa, lactosa, melibiosa, gentiobiosa, turanosa, rutinosa, trehalosa, sacarosa y rafinosa. Polisacáridos adecuados para su uso en la presente invención incluyen, por ejemplo, amilosa, glicógeno, celulosa, quitina, inulina, agarosa, zilanos, manano y galactanos. Aunque en sentido estricto los alcoholes de azúcar no son carbohidratos, los alcoholes de azúcar naturales están tan estrechamente relacionados con los carbohidratos que también son preferidos para su uso en la presente invención. Los alcoholes de azúcar más ampliamente distribuidos y adecuados para su uso en la presente invención son sorbitol, manitol y galactitol.

Las clases concretas de materiales adecuados para su uso en la presente memoria incluyen monosacáridos, disacáridos y alcoholes de azúcar. Otras clases de materiales incluyen éteres de azúcar y polioles alcóxilados, tales como polietoxi glicerol.

En una realización de la presente invención, el poliol tiene de media al menos cuatro, preferiblemente al menos aproximadamente 5, más preferiblemente aproximadamente 8, grupos hidroxilo capaces de ser esterificados por molécula de poliol.

Los polioles extendidos con epóxido esterificados adecuados incluyen gliceroles propoxilados esterificados preparados haciendo reaccionar un glicerol propoxilado que tiene de 2 a 100 unidades de oxipropileno por glicerol con ácidos grasos C<sub>10</sub>-C<sub>24</sub> o con ésteres de ácido graso C<sub>10</sub>-C<sub>24</sub>, como se describe en las patentes US-4.983.329 y US-5.175.323, respectivamente, y gliceroles propoxilados esterificados preparados haciendo reaccionar un epóxido y un triglicérido con un polialcohol alifático, como se describe en la patente US-5.304.665 o con una sal de metal alcalino o alcalinotérreo de un alcohol alifático, como se describe en la patente US-5.399.728. Otros polioles incluyen gliceroles extendidos con óxido de

propileno acilados que tiene un índice de propoxilación superior a aproximadamente 2, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 8, más preferiblemente de aproximadamente 5 o superior, donde los grupos acilo son compuestos C<sub>8</sub>-C<sub>24</sub>, preferiblemente C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub>, como se describe en las patentes US-5.603.978 y US-5.641.534 y gliceroles propoxilados esterificados con ácidos grasos, como se describe en las patentes US-5.589.217 y US-5.597.605.

Otros polioles extendidos con epóxido esterificados adecuados incluyen polisacáridos alcoxilados esterificados. Los polisacáridos alcoxilados esterificados preferidos son los polisacáridos alcoxilados esterificados que contienen unidades anhidromonosacárido y más preferidos son los polisacáridos propoxilados esterificados que contienen unidades anhidromonosacárido, como se describe en la patente US-5.273.772.

El polioliol tiene un grado de esterificación inferior al grado de esterificación tanto del poliéster de polioliol parcialmente esterificado como del poliéster de ácido graso de polioliol altamente esterificado. La primera parte de polioliol puede ser un solo tipo o clase de polioliol (p. ej., sacarosa) o, alternativamente, puede ser una mezcla de dos o más tipos o clases de polioles (p. ej., alcoholes de azúcar, tales como sorbitol; monosacáridos, tales como fructosa; y oligosacáridos, tales como maltosa).

Como se utiliza en la presente memoria, el término “poliéster de ácido graso de polioliol altamente esterificado” debe entenderse como inclusivo de los ésteres de un polioliol con un grado de esterificación superior al grado de esterificación tanto del polioliol como del poliéster de polioliol parcialmente esterificado. En una realización de la invención, el poliéster de polioliol altamente esterificado tiene un grado de esterificación de al menos aproximadamente 70 %, mientras que en otra realización más el poliéster de polioliol altamente esterificado tiene un grado de esterificación de al menos aproximadamente 90 %, preferiblemente de al menos aproximadamente 95 %.

Se conocen diversos procesos en la técnica para sintetizar poliésteres de ácido graso de polioliol altamente esterificados que son adecuados para usar en los procesos de la presente invención. Ejemplos de estos procesos se detallan en la patente US-3.963.699, concedida a Rizzi y col., que describe un proceso de transesterificación sin disolvente en el que se calienta una mezcla de un polioliol (tal como sacarosa), un éster de alquilo inferior de ácido graso (tal como un éster metílico de ácido graso), un jabón de ácido graso de metal alcalino y un catalizador básico para formar una masa fundida homogénea. Un exceso de éster alquílico inferior de ácido graso se añade a la masa fundida para formar los poliésteres de ácido graso de polioliol superiores. Entonces se separan los poliésteres de la mezcla de reacción mediante cualquiera de los procedimientos de separación que se utilizan rutinariamente; se prefieren la destilación o la extracción con disolvente. Procesos adecuados adicionales incluyen las patentes US-4.517.360, concedida a Volpenhein y col.; US-5.422.131, concedida a Elsen y col.; US-5.648.483, concedida a Granberg y col.; US-5.767.257, concedida a Schafermeyer y col., y US-6.261.628, concedida a Howie y col., cada una de las cuales se ha incorporado como referencia en la presente memoria.

En una realización de la presente invención, los poliésteres de ácido graso de polioliol altamente esterificados son poliésteres de ácido graso de sacarosa que tienen un promedio de al menos 4 grupos ácido graso por molécula. En otra realización de la invención, el poliéster de ácido graso de polioliol altamente esterificado es poliéster de ácido graso de sacarosa que tiene una media de al menos 5 grupos ácido graso por molécula, mientras que en otra realización los poliésteres de ácido graso de sacarosa tienen un promedio de aproximadamente 5 a aproximadamente 8 grupos ácido graso por molécula. En otra realización más, el poliéster de polioliol es un poliéster de sacarosa donde al menos aproximadamente 75 % del poliéster de sacarosa comprende octaéster.

Las cadenas de ácido graso de los poliésteres de ácido graso de polioliol altamente esterificados pueden ser ramificadas, lineales, saturadas, insaturadas, hidrogenadas, no hidrogenadas, o mezclas de estas. Las cadenas de ácido graso de los ésteres de ácido graso tienen de aproximadamente 6 a aproximadamente 30 átomos de carbono totales. Como se utiliza en la presente memoria, la referencia a un compuesto de ácido graso que tiene cadenas de ácido graso de una determinada longitud significa que la mayor parte de las cadenas de ácido graso, es decir, más del 50 % en moles de las cadenas de ácido graso, tienen la longitud mencionada. En una realización más específica, los compuestos de ácido graso tienen más de aproximadamente 60 % en moles y, más concretamente, más de aproximadamente 75 % en moles, de cadenas de ácido graso de la longitud mencionada. Como se utiliza en la presente memoria “éster de ácido graso” debe entenderse como inclusivo de ésteres de ácido graso en los que las cadenas de ácido graso tienen en total de aproximadamente 2 a aproximadamente 28, de forma típica de aproximadamente 8 a aproximadamente 22, átomos de carbono. Los ésteres de ácidos grasos pueden ser ramificados, no ramificados, saturados, insaturados, hidrogenados, no hidrogenados, o mezclas de estos.

En una realización de la presente invención, las cadenas de ácido graso del poliéster pueden ser ramificadas o lineales y pueden estar formadas de ésteres de ácido graso que tienen cadenas de ácido graso de aproximadamente 8 a aproximadamente 26 átomos de carbono totales. En otra realización más, las cadenas de ácido graso del éster de ácido graso tienen de aproximadamente 16 a aproximadamente 22 átomos de carbono totales.

Otros poliésteres de ácido graso de polioliol adecuados son gliceras alcoxiladas con enlace esterificado, incluidas las que comprenden segmentos de unión a glicol de poliéster, como se describe en la patente US-5.374.446, y las que comprenden segmentos de unión a policarboxilato, como se describe en las patentes US-5.427.815 y US-5.516.544.

Son poliésteres de ácido graso de poliol adecuados adicionales polioles extendidos con epóxido esterificados de la fórmula general  $P(OH)_{A+C} (EPO)_N (FE)_B$  donde  $P(OH)$  es un poliol, A es de 2 a aproximadamente 8 hidroxilos primarios, C es de aproximadamente 0 a aproximadamente 8 hidroxilos secundarios y terciarios totales,  $A + C$  es de aproximadamente 3 a aproximadamente 8, EPO es un epóxido  $C_3-C_6$ , N es un número promedio de índice de epoxilación, FE es un resto acilo de ácido graso y B es un número promedio en el intervalo de más de 2 y no más de  $A + C$ , como se describe en la patente US-4.861.613. El número promedio de índice de epoxilación mínimo tiene un valor generalmente igual o mayor que A y es un número suficiente de manera que más del 95 % de los hidroxilos primarios del poliol son convertidos a hidroxilos secundarios o terciarios. Preferiblemente, el resto acilo de ácido graso tiene una cadena alquílica  $C_7-C_{23}$ .

5 El poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado puede estar comprendido de un solo tipo o clase de poliéster de poliol (p. ej., sacarosa) o, alternativamente, puede ser una mezcla de dos o más tipos o clases de poliésteres de poliol (p. ej., alcoholes de azúcar, tales como sorbitol; monosacáridos, tales como fructosa; y oligosacáridos, tales como maltosa). Las cadenas principales de poliol de los poliésteres de ácido graso de poliol altamente esterificados (p. ej., sacarosa en un poliéster de ácido graso de sacarosa altamente esterificado) pueden ser las mismas cadenas principales que la del poliol u, opcionalmente, pueden comprender dos o más cadenas principales de poliol diferentes.

10 En una realización de la presente invención el poliol es sacarosa y el poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado comprende predominantemente (es decir, más de aproximadamente 95 %, preferiblemente más de aproximadamente 98 %, más preferiblemente más de aproximadamente 99 %) poliéster de ácido graso de sacarosa. En otra realización el poliol es glucosa y el poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado es poliéster de ácido graso de sacarosa. En otra realización más, el poliol es sacarosa y el poliéster de ácido graso altamente esterificado comprende poliéster de ácido graso de sacarosa y un poliéster de poliol extendido con epóxido altamente esterificado.

15 Los compuestos básicos adecuados para usar como catalizadores de reacción básicos incluyen metales alcalinos tales como sodio, litio y potasio; aleaciones de dos o más metales alcalinos, tales como aleaciones de sodio y litio y aleaciones de sodio y potasio; hidruros de metales alcalinos, tales como hidruro de sodio, litio y potasio; alquilos inferiores ( $C_1-C_4$ ) de metales alcalinos, tales como butil-litio; alcóxidos de metales alcalinos de alcoholes ( $C_1-C_4$ ) inferiores, tales como metóxido de litio, t-butóxido de potasio, metóxido de potasio, y/o metóxido de sodio. Otros compuestos básicos adecuados incluyen carbonatos y bicarbonatos de metales alcalinos o metales alcalinotérreos. Las clases preferidas de catalizadores básicos incluyen carbonato de potasio, carbonato de sodio, carbonato de bario, o mezclas de estos compuestos que tienen tamaños de partículas que son inferiores a aproximadamente 100 micrómetros, preferiblemente inferiores a aproximadamente 50 micrómetros. Estos catalizadores preferidos se pueden usar mezclados con los catalizadores básicos más convencionales, arriba descritos. El carbonato de potasio y/o el metóxido de potasio también son catalizadores preferidos. Estos catalizadores se describen en mayor detalle en la patente US-4.517.360, concedida a Volpenhein y col., que se ha incorporado como referencia.

20 Los solicitantes han descubierto que durante la fase de reacción inicial es preferible que la mezcla de reacción inicial sea tan homogénea como sea posible. Una mezcla de reacción inicial homogénea se puede lograr mediante la selección de ingredientes de la mezcla de reacción adecuados que se disuelven en presencia del disolvente seleccionado. Los ejemplos de disolventes adecuados se seleccionan del grupo que consiste en sulfóxido de dimetilo, n-metil formamida, sulfato de dimetilo, formamida, y mezclas de estos. El sulfóxido de dimetilo es un disolvente especialmente preferido.

25 Si el grado de homogeneidad preferido no se logra fácilmente al mezclar los componentes de la mezcla de reacción inicial, ya sea mediante los ingredientes u otros diversos parámetros de procesamiento seleccionados, puede aplicarse una cantidad suficiente de agitación durante la fase de reacción inicial para formar una mezcla o emulsión aproximadamente homogénea. La agitación debe aplicarse durante un período de tiempo necesario para mantener la homogeneidad durante la duración total de la reacción inicial. Una vez que se ha aplicado la agitación durante un período de tiempo necesario para garantizar la homogeneidad de los reactivos durante toda la reacción, se puede continuar, suspender o modificar la aplicación de agitación o modificar su intensidad.

30 Como se utiliza en la presente memoria, el término "una cantidad suficiente de agitación" se define como el nivel de agitación necesaria para garantizar que los componentes de reacción (p. ej., la mezcla de reacción inicial) no se separen en fases discretas durante un período de tiempo superior a aproximadamente 10 segundos, preferiblemente superior a aproximadamente 20 segundos, más preferiblemente superior a aproximadamente 30 segundos, más preferiblemente superior a aproximadamente 45 segundos, con máxima preferencia superior a aproximadamente 60 segundos, después de suspender la agitación. Preferiblemente, la agitación se aplica durante la reacción durante un período de tiempo suficiente para garantizar que el grado de esterificación del ácido graso de poliéster de poliol altamente esterificado se reduce a menos de aproximadamente 90 %, preferiblemente a menos de aproximadamente 80 %, más preferiblemente a menos de aproximadamente 75 %, más preferiblemente a menos de aproximadamente 65 %, más preferiblemente a menos de aproximadamente 60 %, más preferiblemente a menos de aproximadamente 55 %, con máxima preferencia a menos de aproximadamente 50 %.

35 En una realización de la presente invención, una mezcla de reacción inicial heterogénea comprende sacarosa, un ácido graso de sacarosa altamente esterificado con un grado de esterificación de aproximadamente 95 %, un catalizador de carbonato de potasio, y sulfóxido de dimetilo (DMSO) como disolvente. La agitación se aplica mediante el uso de un impulsor giratorio. El grado de agitación necesario para garantizar un grado adecuado de homogeneidad durante todo el

tiempo que dura la reacción se cuantifica mediante un número de Weber en el intervalo de aproximadamente 2.000 a aproximadamente 20.000, funcionando durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 6 horas. En otra realización, el grado de agitación necesario para garantizar una adecuada homogeneidad se cuantifica mediante un número de Weber de aproximadamente 10.000, aplicado durante un período de

5

aproximadamente 60 minutos. En otra realización más, la agitación se cuantifica mediante un número de Weber de aproximadamente 9.000, aplicado durante la duración total de un tiempo de reacción de 120 minutos.

Como se utiliza en la presente memoria, cualquier dispositivo capaz de inducir movimiento en las mezclas de reacción fluidas en un intervalo de viscosidades, efectuando así una dispersión de los componentes, es un agitador adecuado para usar en los procesos de la presente invención. Los ejemplos de agitadores adecuados incluyen impulsores, paletas, amasadoras, rotores helicoidales, hojas sigma sencillas, hojas sigma dobles, agitadores de tipo tornillo helicoidal, agitadores de cinta, y mezclas de estos.

10

Como se utiliza en la presente memoria, el “número de Weber” es un número adimensional previsto para proporcionar una medida independiente del sistema de la fuerza de agitación aplicada a una mezcla de reacción. El número de Weber es definido por la **Ecuación 1**.

15

$$\frac{(\text{Densidad de la fase continua}) \times (\text{RPM del impulsor})^2}{\text{Tensión interfacial entre las fases continua y discontinua} \times (\text{diámetro del impulsor})^3}$$

ii) Producto de reacción secundaria

20

Una mezcla de reacción secundaria que comprende una segunda parte de poliol se combina a continuación con el producto de reacción inicial. La cantidad de la segunda parte de poliol es suficiente para garantizar que tras la adición de la segunda parte de poliol, la relación molar de la cantidad combinada de la primera parte de poliol y la segunda parte de poliol al poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado está en el intervalo de

25

aproximadamente 1:1 a aproximadamente 40:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 12:1 a aproximadamente 18:1.

La segunda parte de poliol puede ser un solo tipo o clase de poliol (p. ej., sacarosa) o, alternativamente, puede ser una mezcla de dos o más tipos o clases de polioles (p. ej., alcohol de azúcar, tal como sorbitol; monosacáridos, tales como fructosa; y oligosacáridos, tales como maltosa). De forma adicional, la segunda parte de poliol puede ser del mismo tipo o clase de poliol, o mezcla de tipos o clases de polioles, que la primera parte de poliol. Alternativamente, la segunda parte de poliol puede ser una clase o mezcla diferente de polioles.

30

El producto de reacción secundario se forma haciendo reaccionar la combinación del producto de reacción inicial y la mezcla de reacción secundaria en una atmósfera inerte, durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 4 horas, y a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 140 °C.

35

Los solicitantes han descubierto que durante la formación del producto de reacción secundario es preferible que la mezcla de reacción inicial sea tan homogénea como sea posible. Se puede lograr una mezcla de reacción homogénea mediante la selección de ingredientes de la mezcla de reacción adecuados que se disuelven en presencia del disolvente seleccionado. Si el grado preferido de homogeneidad no se logra fácilmente al mezclar del producto de reacción inicial y la mezcla de reacción secundaria, ya sea mediante los ingredientes u otros diversos parámetros de procesamiento seleccionados, puede aplicarse una cantidad suficiente de agitación para formar una mezcla o emulsión aproximadamente homogénea. La agitación debe aplicarse durante un período de tiempo necesario para mantener la homogeneidad durante todo el tiempo que dura la reacción inicial. Una vez que se ha aplicado la agitación durante un período de tiempo necesario para garantizar la homogeneidad de los reactivos durante toda la reacción, se puede continuar, suspender o modificar la aplicación de agitación o modificar su intensidad.

40

45

Como se utiliza en la presente memoria, la expresión “una cantidad suficiente de agitación” se define como el nivel de agitación necesaria para garantizar que los componentes de la reacción (p. ej., la combinación del producto de reacción inicial y la mezcla de reacción secundaria) no se separen en fases discretas durante un período de tiempo superior a aproximadamente 10 segundos, preferiblemente superior a aproximadamente 20 segundos, más preferiblemente superior a aproximadamente 30 segundos, más preferiblemente superior a

50

55

60

aproximadamente 45 segundos, con máxima preferencia superior a aproximadamente 60 segundos, después de suspender la agitación. Preferiblemente, la agitación se aplica durante la reacción durante un período de tiempo suficiente para garantizar que el grado de esterificación del poliéster de ácido graso de poliol altamente esterificado es inferior a aproximadamente 50 %, preferiblemente inferior a aproximadamente 40 %, más preferiblemente inferior a aproximadamente 30 %, con máxima preferencia inferior a aproximadamente 15 %.

En una realización de la presente invención, una mezcla de reacción inicial heterogénea comprende un poliol de sacarosa, un ácido graso de sacarosa altamente esterificado con un grado de esterificación de aproximadamente

95 %, un catalizador de carbonato de potasio, y sulfóxido de dimetilo (DMSO) como disolvente. El grado de agitación necesario para garantizar una adecuada homogeneidad se cuantifica mediante un número de Weber de aproximadamente 15.000, y se aplica durante un período de aproximadamente 60 minutos. La mezcla de reacción inicial permanece homogénea durante el tiempo que dura la reacción inicial. La mezcla de reacción secundaria comprende el mismo poliol de sacarosa de la mezcla de reacción inicial y se añade al producto de reacción inicial. La agitación se aplica mediante el uso de un impulsor giratorio durante aproximadamente 90 minutos, y se cuantifica mediante un número de Weber de aproximadamente 10.000. El producto de reacción inicial y la mezcla de reacción secundaria permanecen homogéneos durante el tiempo que dura la reacción secundaria.

10 iii) Catalizador de neutralización

Opcionalmente, cualquier catalizador restante después de la formación del producto de reacción secundaria puede neutralizarse con un ácido. Los solicitantes han descubierto de esta manera que la neutralización del catalizador restante reduce el riesgo de reacciones de saponificación y de hidrólisis catalizada por bases durante la purificación acuosa, las cuales influyen ambas negativamente en la pureza de las composiciones de ácidos grasos de poliol parcialmente esterificados.

Para neutralizar eficazmente el catalizador residual que pueda quedar, se añade una cantidad suficiente de un ácido al producto de reacción secundaria de modo que la relación molar del ácido al catalizador total esté en el intervalo de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 1:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 0,8:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,6:1 a aproximadamente 0,8:1. Los ejemplos de ácidos adecuados para usar en la neutralización del catalizador de base residual que pueda quedar incluyen los ácidos seleccionados del grupo que consiste en ácido clorhídrico, fosfórico, crómico, yódico, benzoico, fluorhídrico, sulfúrico, sulfuroso, acético, fórmico, nítrico y mezclas de estos.

25 iv) Producto de reacción terciaria

Opcionalmente, se puede formar un producto de reacción terciaria después de la formación del producto de reacción secundaria. El propósito principal de formar el producto de reacción terciaria es recuperar diversos componentes de la mezcla de reacción inicial, tales como disolvente, que ya no se requieren para los procesos de purificación restantes. De forma adicional, la retirada del disolvente mediante la formación del producto de reacción terciaria reduce la cantidad de disolvente presente en las composiciones finales de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado.

El producto de reacción terciaria se forma haciendo reaccionar el producto de reacción secundaria a una presión en el intervalo de aproximadamente 0,01 mmHg a aproximadamente 760 mmHg, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,1 mmHg a aproximadamente 20 mmHg, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,1 mmHg a aproximadamente 10 mmHg, con máxima preferencia en el intervalo de aproximadamente 0,1 mmHg a aproximadamente 5 mm de Hg, y durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 4 horas.

En una realización de la presente invención, la presión de reacción deseada determina la temperatura a la cual se forma el producto de reacción terciaria. En otra realización de la invención, la temperatura de reacción deseada determina la presión de reacción que se empleará. Preferiblemente, el producto de reacción terciaria se forma a la combinación de temperatura y presión a la cual tiene lugar la destilación del disolvente usado en la mezcla de reacción inicial.

En otra realización más el disolvente es sulfóxido de dimetilo. Las combinaciones de temperatura y presión preferidas para el sulfóxido de dimetilo se seleccionan del grupo que consiste en aproximadamente 0,01 mmHg y aproximadamente 18 °C negativos, aproximadamente 0,1 mmHg y aproximadamente 4 °C, aproximadamente 0,5 mmHg y aproximadamente 23 °C, aproximadamente 5 mmHg y aproximadamente 58 °C, aproximadamente 10 mmHg y aproximadamente 70 °C, aproximadamente 20 mmHg y aproximadamente 85 °C, y aproximadamente 760 mmHg y aproximadamente 189 °C.

El experto en la técnica apreciará al leer la descripción de la presente memoria que las temperaturas descritas en las combinaciones de temperatura-presión preferidas se refieren a la temperatura de los ingredientes de reacción, no los ajustes de temperatura del equipo utilizado para calentar los componentes de reacción. El experto en la materia apreciará también que las temperaturas son aproximaciones basadas en las temperaturas de destilación del disolvente puro y pueden variar ligeramente dependiendo del grado de pureza del disolvente.

En una realización de la presente invención, la etapa de neutralización del catalizador restante que pueda quedar se realiza después de la formación del producto de reacción secundaria, pero antes de la formación de un producto de reacción terciaria. En otra realización, el producto de reacción terciaria se forma después de la formación del producto de reacción secundaria, aunque antes de la neutralización del catalizador restante. En otra realización más, el catalizador restante se neutraliza con un ácido sin la formación de un producto de reacción terciaria. En otra realización más, se forma el producto de reacción terciaria, aunque que el catalizador restante no se neutraliza.



v) Purificación

(a) Procesos de purificación acuosa sin disolvente

5 Los productos de reacción de la presente invención pueden purificarse mediante un proceso de purificación acuoso, mediante la aplicación de una solución de lavado con agua. Los solicitantes han descubierto que para obtener composiciones de poliéster de poliol parcialmente esterificado con el grado requerido de pureza, el proceso de purificación acuoso debe estar exento de disolventes que influirían negativamente en el requisito de pureza del producto terminado para el uso previsto de la composición (p. ej., pureza de calidad alimentaria). Dado que el disolvente añadido después de la formación del producto de reacción secundaria debe eliminarse finalmente mediante un proceso de purificación, se prefiere especialmente que el proceso de purificación acuosa sea un proceso de purificación exento de disolvente.

15 La solución de lavado con agua comprende de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 5 % de una sal y de aproximadamente 95 % a aproximadamente 99,9 % de agua. La solución de lavado con agua se aplica durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 30 minutos, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5-10 minutos. La relación de peso de la solución de lavado con agua al peso inicial del producto de reacción que se debe purificar (p. ej., un producto de reacción secundaria; producto de reacción terciaria; producto de reacción secundaria neutralizado con ácido; o producto de reacción terciaria neutralizado con ácido) está en el intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 8:1 a aproximadamente 15:1. La temperatura de la solución de lavado con agua está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C, y la temperatura del producto de reacción que debe purificarse está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C. Preferiblemente, la temperatura de la solución de lavado con agua está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 60 °C cuando la mayoría de ésteres de ácido graso son insaturados, y en el intervalo de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 80 °C cuando la mayoría de los ésteres de ácido graso son saturados.

30 Los ejemplos de sales adecuadas para su uso en la presente invención incluyen sales seleccionadas del grupo que consiste en sales de calcio, sales de magnesio, sales de bario, sales de sodio, sales de potasio, sales de cesio y mezclas de estas. Las sales preferidas para su uso en la presente invención incluyen sales seleccionadas del grupo que consiste en cloruro de litio, bromuro de litio, yoduro de litio, sulfato de litio, cloruro de calcio, bromuro de calcio, yoduro de calcio, sulfato de calcio, cloruro de magnesio, bromuro de magnesio, yoduro de magnesio, sulfato de magnesio, cloruro de bario, bromuro de bario, yoduro de bario, sulfato de bario, cloruro de sodio, bromuro de sodio, yoduro de sodio, sulfato de sodio, cloruro de potasio, bromuro de potasio, yoduro de potasio, sulfato de potasio, cloruro de cesio, bromuro de cesio, yoduro de cesio, sulfato de cesio y mezclas de estos. Se prefieren en particular las sales seleccionadas del grupo que consiste en cloruro de calcio, bromuro de calcio, yoduro de calcio, sulfato de calcio y mezclas de estos.

40 Preferiblemente, la parte de agua de la solución de lavado con agua se mezcla con el producto de reacción que se vaya a purificar durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 15 minutos antes de la introducción de la sal. Posteriormente, la sal se añade a la combinación de agua/producto de reacción y se mezclan durante un período de tiempo adicional en el intervalo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 15 minutos. Sin pretender imponer ninguna teoría, los solicitantes creen que la sal facilita la separación de impurezas y otros subproductos de reacción no deseados de la composición de producto terminado.

45 Después de la aplicación de la solución de lavado con agua, las impurezas, los componentes sin reaccionar y los subproductos de reacción se recogen y retiran del producto de reacción lavado. El producto de reacción lavado se separa en dos capas discretas. La capa superior contiene las impurezas, el disolvente, los subproductos de reacción y los componentes de reacción que no han reaccionado que deben eliminarse y desecharse. La capa inferior contiene el poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado. Opcionalmente, la capa superior puede recolectarse y procesarse para recuperar y/o reciclar los ingredientes y/o subproductos de reacción deseados (p. ej., poliol y disolvente).

55 La separación en fases discretas puede lograrse permitiendo que los productos de reacción lavados sedimenten por gravedad. Los métodos preferidos para la separación y el aislamiento de impurezas incluyen la centrifugación durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos con una fuerza aplicada de aproximadamente 100 G a aproximadamente 15.000 G. Alternativamente, cuando la mayoría (es decir, más de aproximadamente 50 %) de los ésteres de ácido graso del producto de reacción que se deben purificar (p. ej., producto de reacción secundaria; producto de reacción terciaria; producto de reacción secundaria neutralizado con ácido; o producto de reacción terciaria neutralizada con ácido) comprenden ésteres de ácido graso insaturados, la separación en fases discretas se puede conseguir mediante la reducción de la temperatura. La etapa de separación por temperatura, donde la temperatura del producto de reacción lavado se reduce hasta una temperatura inferior a aproximadamente 20 °C, preferiblemente inferior a aproximadamente 15 °C, más preferiblemente inferior a aproximadamente 10 °C, más preferiblemente inferior a aproximadamente 5 °C, con máxima preferencia igual o inferior a aproximadamente 0 °C, se produce después del lavado con una solución de lavado acuosa exenta de disolvente. A medida que disminuye la temperatura, el producto de reacción lavado se separa en dos capas discretas, una capa superior que contiene impurezas y una capa inferior que comprende producto de reacción purificado. La capa superior que contiene las impurezas se

recoge y se retira. La capa inferior que comprende poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados y purificados se puede recoger para el procesamiento final o someter a procesos de purificación adicionales.

5 Se pueden utilizar las diversas técnicas para el aislamiento y la retirada de impurezas y subproductos de reacción no deseados descritas en la presente descripción independientemente o en combinación. En una realización de la presente invención, el aislamiento de las impurezas se produce por centrifugación. En otra realización, el aislamiento se logra empleando tanto procesos de centrifugación como de reducción de temperatura. En otra realización más, se repite un total de diez veces un ciclo de purificación de producto que comprende las etapas de lavar el producto de reacción con una solución de lavado con agua exenta de disolvente y a continuación centrifugar el producto de reacción lavado para aislar impurezas. Después del décimo ciclo de lavado-centrifugación, la temperatura del producto de reacción lavado se reduce a aproximadamente 0 °C. A medida que la temperatura se aproxima a 0 °C, el producto de reacción lavado se separa en dos capas discretas. La capa superior que contiene las impurezas se aísla y se retira, y la capa inferior que comprende el producto de reacción purificado se recoge para el procesamiento final.

15 El proceso de purificación para lavar el producto de reacción y separar y recoger el poliéster de poliol parcialmente esterificado se puede realizar, opcionalmente, una o más veces adicionales, dependiendo de la composición del producto al final del ciclo de purificación y el nivel de pureza deseado del producto terminado. Preferiblemente, el ciclo de purificación se repite en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 veces para lograr grados de purificación especialmente altos.

20 En una realización de la presente invención las etapas de purificación de lavado con agua se repiten en el intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 15 veces. La cantidad de solución de lavado con agua a utilizar en cada ciclo de purificación se calcula a partir del peso inicial del producto de reacción que se vaya a purificar (es decir, el peso del producto de reacción antes del primer ciclo de purificación). En cada ciclo, la relación de peso de la solución de lavado con agua al peso inicial del producto de reacción lavado que se debe purificar (p. ej., un producto de reacción secundaria; producto de reacción terciaria; producto de reacción secundaria neutralizado con ácido; o producto de reacción terciaria neutralizado con ácido) está dentro del intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 8:1 a aproximadamente 15:1.

30 La cantidad de solución de lavado con agua utilizada puede ser sustancialmente la misma para cada ciclo de purificación o, alternativamente, puede variar de ciclo a ciclo. De forma adicional, la cantidad de sal utilizada en la solución de lavado con agua puede ser sustancialmente la misma para cada ciclo de purificación o, alternativamente, puede variar de ciclo a ciclo. También se contemplan combinaciones de cantidades variables de agua y sal en la solución de lavado con agua de diversos ciclos de purificación.

35 En una realización, la cantidad de sal usada en las soluciones de lavado con agua de un ciclo de purificación posterior al primer ciclo de purificación es menor que la cantidad de sal utilizada en el primer ciclo de purificación.

40 Para cada uno de los ciclos de purificación la temperatura de la solución de lavado con agua está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C, y la temperatura del producto de reacción que debe purificarse está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C.

45 Opcionalmente, la relación de peso de solución de lavado con agua al producto de reacción a purificar puede volverse a calcular después de cada ciclo de purificación, de modo que la relación de peso de la solución de lavado con agua al peso del producto de reacción a purificar en un determinado ciclo de purificación está en el intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 10:1.

50 Cuando la mayoría (es decir, más de aproximadamente 50 %) de los ésteres de ácido graso del producto de reacción que se deben purificar (p. ej., producto de reacción secundaria; producto de reacción terciaria; producto de reacción secundaria neutralizado con ácido; o producto de reacción terciaria neutralizado con ácido) comprende ésteres de ácidos grasos insaturados, la última fase del ciclo de purificación puede opcionalmente contener una etapa de congelación. La etapa de congelación tiene lugar después del lavado acuoso final y la centrifugación.

55 Después del lavado final con la solución de lavado con agua, se recoge y se elimina la capa superior que contiene las impurezas y otros subproductos de reacción no deseados. La temperatura de la capa inferior que comprende el producto de reacción purificado se reduce a continuación a una temperatura igual o inferior a aproximadamente 0 °C. A medida que disminuye la temperatura, la capa inferior se separa en dos capas discretas, una capa superior congelada que contiene impurezas y una capa inferior congelada que comprende producto de reacción purificado adicional. La capa superior congelada que contiene las impurezas se recoge y se desecha, dejando un producto de reacción purificado que comprende poliésteres de ácido graso de poliol parcialmente esterificados.

60

## (b) Procesos de purificación de alcohol

5 Los productos de reacción de la presente invención pueden purificarse opcionalmente mediante un proceso de purificación con alcohol, mediante la aplicación de una solución de lavado con alcohol. Los solicitantes han descubierto que para obtener composiciones de poliéster de poliol parcialmente esterificado con el grado requerido de pureza, el proceso de purificación con alcohol debe ser exento de disolventes adicionales que influirían negativamente en el requisito de pureza del producto terminado para el uso previsto de la composición (p. ej., pureza de calidad alimentaria). Como cualquier disolvente añadido después de la formación del producto de reacción secundaria debe eliminarse finalmente mediante un proceso de purificación, se prefiere que la solución de lavado con alcohol no contenga ingredientes adicionales que no serían retirados sustancialmente, preferiblemente totalmente retirados, mediante el proceso de lavado con alcohol. Las realizaciones especialmente preferidas de la presente invención son aquellas donde la solución de lavado con alcohol no comprende ingredientes, aparte tal vez de impurezas a un nivel que no influiría negativamente en la pureza del producto terminado, más allá del alcohol.

15 La solución de lavado con alcohol comprende alcoholes con una longitud de cadena de carbono en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente átomos de 5 átomos. La solución de lavado con alcohol se aplica durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 30 minutos, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5-10 minutos. La relación de peso de la solución de lavado con alcohol al peso inicial del producto de reacción que se debe purificar (p. ej., un producto de reacción secundaria; producto de reacción terciaria; producto de reacción secundaria neutralizado con ácido; o producto de reacción terciaria neutralizado con ácido) está en el intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 10:1.

25 La temperatura de la solución de lavado con alcohol está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C, y la temperatura del producto de reacción que debe purificarse está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C. Preferiblemente, la temperatura de la solución de lavado con alcohol está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 60 °C cuando la mayoría de ésteres de ácido graso son insaturados, y en el intervalo de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 80 °C cuando la mayoría de los ésteres de ácido graso son saturados.

30 Ejemplos de alcoholes adecuados para su uso en la presente invención incluyen etanol, n-propanol, n-butanol, n-pentanol, formas ramificadas y no terminales de alcoholes C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub> y mezclas de estos. Los alcoholes preferidos se seleccionan del grupo que consiste en etanol, n-propanol, n-butanol, n-pentanol, y mezclas de estos.

35 Después de la aplicación de la solución de lavado con alcohol, las impurezas, los componentes sin reaccionar y los subproductos de reacción se recogen y retiran del producto de reacción lavado. El producto de reacción lavado se separa en dos capas discretas. La capa inferior contiene las impurezas, el disolvente, los subproductos de reacción y los componentes de reacción que no han reaccionado que deben eliminarse y desecharse. La capa superior contiene el poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado. Opcionalmente, la capa inferior puede recolectarse y procesarse para recuperar y/o reciclar los ingredientes y/o subproductos de reacción deseados (p. ej., poliol y disolvente).

45 La separación en las fases discretas puede lograrse permitiendo que las impurezas y los subproductos sedimenten por gravedad. Los métodos preferidos para la separación y el aislamiento de impurezas incluyen la centrifugación durante un período de tiempo en el intervalo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos con una fuerza aplicada de aproximadamente 100 G a aproximadamente 15.000 G, preferiblemente en el intervalo de 2.000 G a aproximadamente 10.000 G.

50 El ciclo de purificación de lavado del producto de reacción con alcohol y separación y recogida del poliéster de poliol parcialmente esterificado se puede realizar, opcionalmente, una o más veces adicionales, dependiendo de la composición del producto después del ciclo de purificación y el nivel de pureza deseado del producto terminado. Preferiblemente, el proceso de purificación se repite en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 veces para lograr grados de purificación especialmente altos.

55 En una realización de la presente invención las etapas de purificación de lavado con alcohol se repiten en el intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 15 veces. La cantidad de solución de lavado con alcohol a utilizar en cada ciclo de purificación se calcula a partir del peso inicial del producto de reacción que se vaya a purificar (es decir, el peso del producto de reacción antes del primer ciclo de purificación). En cada ciclo, la relación de peso de la solución de lavado con alcohol al peso inicial del producto de reacción lavado que se debe purificar (p. ej., un producto de reacción secundaria; producto de reacción terciaria; producto de reacción secundaria neutralizado con ácido; o producto de reacción terciaria neutralizado con ácido) está dentro del intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 8:1 a aproximadamente 15:1. La cantidad de solución de lavado con alcohol utilizada puede ser sustancialmente la misma para cada ciclo de purificación o, alternativamente, puede variar de ciclo a ciclo.

65

Para cada uno de los ciclos de purificación la temperatura de la solución de lavado con alcohol está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C, y la temperatura del producto de reacción que debe purificarse está en el intervalo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C.

- 5 Opcionalmente, la relación de peso de solución de lavado con alcohol al producto de reacción a purificar puede volverse a calcular después de cada ciclo de purificación, de modo que la relación de peso de la solución de lavado con alcohol al peso del producto de reacción a purificar en un determinado ciclo de purificación está en el intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 10:1.

10

#### C. Composición de poliésteres de ácido graso de polioliol parcialmente esterificados y purificados

Las composiciones de poliéster de polioliol de ácido graso parcialmente esterificado y purificado de la presente invención comprenden un poliéster de polioliol parcialmente esterificado con un grado de esterificación de menos de aproximadamente 40 %, más preferiblemente menos de aproximadamente 30 %, más preferiblemente menos de aproximadamente 15 %. De forma adicional, las composiciones de poliéster de ácido graso de polioliol parcialmente esterificado y purificado comprenden menos de aproximadamente 5 % de polioliol, preferiblemente menos de aproximadamente 3,5 % de polioliol, más preferiblemente menos de aproximadamente 2 % de polioliol, más preferiblemente menos de aproximadamente 1,1 % de polioliol; menos de aproximadamente 5 ppm de (partes por millón) de disolvente residual, preferiblemente menos de aproximadamente 4 ppm de disolvente residual, con máxima preferencia menos de aproximadamente 3 ppm de disolvente residual; y menos de aproximadamente 700 ppm de ésteres de alquilo inferiores, preferiblemente menos de aproximadamente 650 ppm de ésteres de alquilo inferiores, más preferiblemente menos de aproximadamente 500 ppm de ésteres de alquilo inferiores, más preferiblemente menos de aproximadamente 200 ppm de ésteres de alquilo inferiores, más preferiblemente menos de aproximadamente 100 ppm de ésteres de alquilo inferiores, con máxima preferencia menos de aproximadamente 50 ppm de ésteres de alquilo inferiores. Además, las composiciones de poliéster de polioliol parcialmente esterificado y purificado comprenden menos de aproximadamente 5 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre, preferiblemente menos de aproximadamente 4,5 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre, más preferiblemente menos de aproximadamente 4 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre, más preferiblemente menos de aproximadamente 3,5 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre, con máxima preferencia menos de aproximadamente 3,3 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre.

Los poliésteres de polioliol parcialmente esterificados y purificados también comprenden menos de aproximadamente 3 % de ceniza, preferiblemente menos de aproximadamente 2 % de ceniza, más preferiblemente menos de aproximadamente 1,7 % de ceniza. Como se utiliza en la presente memoria, el término "ceniza" se refiere a ceniza sulfatada. La cantidad de ceniza sulfatada en la presente invención se calcula pesando 5 gramos de una muestra en una bandeja de platino. A continuación se añaden 5 ml de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) al 10 % a la muestra, y la mezcla se calienta hasta que se carboniza. La ceniza carbonizada se hornea a continuación en un horno de mufla a 550 °C hasta que se calcina. Se añade una alícuota de 2-3 ml de ácido sulfúrico al 10 % y la mezcla se calienta nuevamente hasta que queda carbonizada. De nuevo la mezcla se hornea a 550 °C hasta que se calcina. Este proceso se repite hasta que la ceniza mantiene un peso constante. El porcentaje de ceniza sulfatada se calcula dividiendo el peso de la ceniza restante por el peso de la muestra.

Además, las composiciones de poliéster purificado de la presente invención tienen un valor ácido de menos de aproximadamente 6, preferiblemente un valor ácido de menos de aproximadamente 4, más preferiblemente un valor ácido de menos de aproximadamente 3, con máxima preferencia un valor ácido de menos de aproximadamente 2.

Sin pretender imponer ninguna teoría, los solicitantes consideran que los niveles residuales de impurezas de éster de alquilo inferior pueden atribuirse a las cantidades que existen como impureza dentro de los ácidos grasos de poliéster de polioliol altamente esterificados antes de su inclusión en la mezcla de reacción inicial. Se cree que las mezclas de jabón y ácido graso libre son subproductos resultantes de reacciones de degradación de polioliol y neutralización mediante catalizador. Se cree también que la ceniza es un subproducto de diversos procesos de degradación y purificación dentro de la síntesis de las composiciones de poliéster de polioliol parcialmente esterificado y purificado.

#### D. Ejemplos

Los siguientes son ejemplos no limitativos de poliésteres de polioliol parcialmente esterificados y composiciones de poliéster de polioliol parcialmente esterificado y purificado y métodos de preparación de estos, utilizados según la presente invención. Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar la invención y no deben interpretarse como limitativos en modo alguno del espíritu o del alcance de la misma.

60

##### Ejemplo 1

En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 75 g (0,0312 mol) de poliéster de sacarosa, basado en ácidos grasos esteáricos totalmente saturados, con un grado de esterificación de 96 %, 10,8 g (0,0316 mol) de sacarosa, 3 g (0,0217 mol) de carbonato de potasio, y 500 g de disolvente sulfóxido de dimetilo. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío

65

durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. Se forma un producto de reacción inicial haciendo reaccionar la mezcla de reacción inicial a 120 °C durante 120 minutos en un reactor de vidrio con deflector y de dos piezas.

5 Se analiza una muestra del producto de reacción inicial mediante super fluid chromatography (cromatografía de fluidos supercríticos - SFC) y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 1A**, donde SE<sub>x</sub> indica un éster de sacarosa con X grupos hidroxilo esterificados. Se describen métodos analíticos de cromatografía de fluidos supercríticos en la solicitud codependiente de EE. UU. con n.º de serie 09/646.293, presentada el 15 de septiembre de 2000, concedida a Trout y col., titulada "Improved Processes for Synthesis and Purification of Nondigestible Fats" (procesos mejorados para la síntesis y purificación de grasas no digeribles).

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,9	0,0	1,4	8,0	23,2	33,3	23,1	7,9	1,2	0,0

Tabla 1A

15 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 150,2 g (0,439 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 120 °C durante 90 minutos.

20 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 1B**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
2,3	48,6	34,9	11,9	2,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 1B

25 Ejemplo 2

En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 75 g (0,0312 moles) de poliéster de sacarosa con un grado de esterificación de 96 %; 10,75 g (0,0314 moles) de sacarosa; 2 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 500 g de disolvente sulfóxido de dimetilo. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. Se forma un producto de reacción inicial haciendo reaccionar la mezcla de reacción inicial a 110 °C durante 90 minutos en un reactor de vidrio con deflector y de dos piezas.

35 Una muestra del producto de reacción inicial se analiza mediante super fluid chromatography (cromatografía de fluidos supercríticos - SFC) y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 2A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,0	0,0	0,6	4,8	16,3	29,6	28,2	15,9	3,6	0,0

Tabla 2A

40 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 150,2 g (0,439 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 110 °C durante 70 minutos.

45 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 2B**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,2	46,3	36,1	14,0	2,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 2B

50 Ejemplo 3

En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 75 g (0,0312 moles) de poliéster de sacarosa con un grado de esterificación de 96; 10,75 g (0,0314 moles) de sacarosa; 2 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 500 g de disolvente sulfóxido de dimetilo. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se

cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. Se forma un producto de reacción inicial haciendo reaccionar la mezcla de reacción inicial a 100 °C durante 180 minutos en un reactor de vidrio con deflector y de dos piezas.

5 Una muestra del producto de reacción inicial se analiza mediante super fluid chromatography (cromatografía de fluidos supercríticos - SFC) y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 3A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
0,60	0,0	1,0	3,6	15,4	24,2	25,5	19,0	8,4	2,4

Tabla 3A

10 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 150,2 g (0,439 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 100 °C durante 120 minutos.

15 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 3B**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,3	47,8	35,3	13,1	2,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 3B

Ejemplo 4

20 En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 77,5 g (0,0322 moles) de poliéster de sacarosa que tiene un grado de esterificación de 96 %; 11,3 g (0,330 moles) de sacarosa; 2,0 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 507 g de disolvente sulfóxido de dimetilo que contiene menos de 50 ppm de agua. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. La mezcla de reacción inicial se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos para producir un producto de reacción inicial.

30 Una muestra del producto de reacción inicial se analiza mediante super fluid chromatography (cromatografía de fluidos supercríticos - SFC) y se halla que tiene la composición de la **Tabla 4A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,5	0,9	3,8	13,4	14,0	17,2	21,3	18,7	7,8	1,3

Tabla 4A

35 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 153,9 g (0,450 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 90 °C durante 120 minutos.

40 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 4B**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,7	51,6	29,7	13,1	3,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 4B

45 El producto de reacción secundaria pesa 751 g y se trata con 1,45 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,0141 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado en un baño de agua a 60 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 339 g.

50 Se mezclan 210 g del producto de reacción terciaria en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 2.100 g de agua a 60 °C durante 5 minutos. La temperatura se mantiene constante. Se añaden 5,25 g de cloruro de calcio al sistema y se mezclan durante otros 5 minutos.

La mezcla resultante se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos. La mezcla centrifugada se divide en dos capas discretas. La capa superior se desecha y la capa inferior se recupera.

55

5 Se recoge toda la capa inferior y se lava de nuevo con 2.100 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 5,25 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. La recuperación y el lavado adicional de la capa inferior se repiten durante un total de tres veces más, para un total de 5 lavados con 5,25 g de cloruro de calcio.

10 Después del quinto lavado, la capa inferior se recoge y se lava de nuevo en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 2.100 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 3,15 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. El proceso de recogida de la capa inferior, el lavado adicional en presencia de 3,15 g de cloruro de calcio, y la centrifugación se repiten un total de tres veces más.

15 Después del noveno lavado total, la capa inferior se recupera y se seca en un horno de vacío a 45 °C y 1 mmHg durante 12 horas para producir una composición de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado.

La composición del producto final se analiza mediante SFC y se muestra en la **Tabla 4C**.

DMSO	Jabón/FFA	Sacarosa	Ceniza sulfatada	Valor ácido	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1 ppm	2,4	0,0	1,3 %	2,0	32,1	38,3	23,1	4,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 4C

20 Ejemplo 5

25 En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 79 g (0,0328 moles) de poliéster de sacarosa con un grado de esterificación de 96 %; 11,0 g (0,322 moles) de sacarosa; 2,0 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 580 g de disolvente sulfóxido de dimetilo que contiene menos de 50 ppm de agua. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. La mezcla de reacción inicial se hace reaccionar a 110 °C durante 90 minutos para producir un producto de reacción inicial.

30 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 200 g (0,585 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 103 °C durante 90 minutos.

35 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición mostrada en la **Tabla 5A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
0,9	53,6	31,3	11,8	2,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 5A

40 El producto de reacción secundaria pesa 859 g y se trata con 1,2 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,012 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado a 65 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 425 g.

45 Se mezclan 425 g del producto de reacción terciaria en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 4.300 g de agua a 60 °C durante 5 minutos. La temperatura se mantiene constante. Se añaden 12,9 g de cloruro de calcio al sistema y se mezclan durante otros 5 minutos. La mezcla resultante se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos. La mezcla centrifugada se divide en dos capas discretas. La capa superior se desecha y la capa inferior se recupera.

50 Se recoge toda la capa inferior y se lava de nuevo con 4.300 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 12,9 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 10.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. La recuperación y el lavado adicional de la capa inferior se repiten durante un total de tres veces más, para un total de 5 lavados con 12,9 g de cloruro de calcio.

55 Después del quinto lavado, la capa inferior se recoge y se lava de nuevo en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 4.300 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 6,45 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 10.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. El proceso de recogida de la capa inferior, el lavado adicional en presencia de 6,45 g de cloruro de calcio, y la centrifugación se repiten un total de tres veces más.

60

Después del noveno lavado total, la capa inferior se recupera y se seca en un horno de vacío a 45 °C y 1 mmHg durante 12 horas para producir una composición de poliéster de ácido graso de poli parcialmente esterificado y purificado.

- 5 La composición del producto final se analiza mediante SFC y se muestra en la **Tabla 5B**.

DMSO	Jabón/FFA	Sacarosa	Ceniza sulfatada	Valor ácido	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1 ppm	2,9	0,1	1,3 %	2,0	61,0	29,0	6,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 5B

Ejemplo 6

- 10 En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 78 g (0,0324 mol) de poliéster de sacarosa, basado en ácidos grasos esteáricos totalmente saturados, con un grado de esterificación de 96 %, 11,1 g (0,0325 mol) de sacarosa, 2 g (0,0145 mol) de carbonato de potasio, y 564 g de disolvente sulfóxido de dimetilo.
- 15 Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secan en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. Se forma un producto de reacción inicial haciendo reaccionar la mezcla de reacción inicial a 110 °C durante 60 minutos en un reactor de vidrio con deflector y de dos piezas.

- 20 Una muestra del producto de reacción inicial se analiza mediante super fluid chromatography (cromatografía de fluidos supercríticos - SFC) y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 6A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,4	3,63	3,7	7,9	15,6	22,3	26,3	16,4	2,9	0,0

Tabla 6A

- 25 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 150,2 g (0,439 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 90 °C durante 120 minutos.

- 30 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 6B**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
0,7	51,0	27,0	15,7	5,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 6B

- 35 El producto de reacción secundaria pesa 751 g y se trata con 1,3 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,013 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado en un baño de agua a 65 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 340 g.

- 40 Ejemplo 7:

- En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 79 g (0,0328 moles) de poliéster de sacarosa que tiene un grado de esterificación de 96 %; 11,5 g (0,0336 moles) de sacarosa; 2,0 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 523 g de disolvente sulfóxido de dimetilo que contiene menos de 50 ppm de agua. Antes de su uso en la
- 45 mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secan en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. La mezcla de reacción inicial se hace reaccionar a 110 °C durante 75 minutos para producir un producto de reacción inicial.

- 50 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 187 g (0,547 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 90 °C durante 75 minutos.

- 55 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 7A**.



## ES 2 754 024 T3

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,53	51,9	26,4	14,0	5,1	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 7A

5 El producto de reacción secundaria pesa 742 g y se trata con 1,43 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,0143 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado en un baño de agua a 65 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 393 g.

10 Se mezclan 390 g del producto de reacción terciaria en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 3.900 g de agua a 60 °C durante 5 minutos. La temperatura se mantiene constante. Se añaden 9,75 g de cloruro de calcio al sistema y se mezclan durante otros 5 minutos. La mezcla resultante se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos. La mezcla centrifugada se divide en dos capas discretas. La capa superior se desecha y la capa inferior se recupera.

15 Se recoge toda la capa inferior y se lava de nuevo con 3.900 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 9,75 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. La recuperación y el lavado adicional de la capa inferior se repiten durante un total de tres veces más, para un total de 5 lavados con 9,75 g de cloruro de calcio.

20 Después del quinto lavado, la capa inferior se recoge y se lava de nuevo en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 3.900 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 5,85 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. El proceso de recogida de la capa inferior, el lavado adicional en presencia de 5,85 g de cloruro de calcio, y la centrifugación se repiten un total de tres veces más.

25 Después de un total de nueve lavados, la capa inferior se recupera y se seca en un horno de vacío a 45 °C y 1 mmHg durante 12 horas para producir una composición de poliéster de ácido graso de polioli parcialmente esterificado y purificado.

30 La composición del producto final se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 7B**.

DMSO	Jabón/FFA	Sacarosa	Ceniza sulfatada	Valor ácido	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,1 ppm	3,1	0,0	1,9 %	4	37,2	39,0	20,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 7B

Ejemplo 8:

35 En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 79 g (0,0328 moles) de poliéster de sacarosa que tiene un grado de esterificación de 96 %; 11,0 g (0,0322 moles) de sacarosa; 2,0 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 560 g de disolvente sulfóxido de dimetilo que contiene menos de 50 ppm de agua. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. La mezcla de reacción inicial se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos para producir un producto de reacción inicial.

45 Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 200 g (0,585 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos.

50 Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 8A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,11	54,8	31,5	10,8	1,8	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 8A

55 El producto de reacción secundaria pesa 858 g y se trata con 1,3 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,013 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado en un baño de agua a 65 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 426 g.

Se mezclan 426 g del producto de reacción terciaria en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 4.300 g de agua a 60 °C durante 5 minutos. La temperatura se mantiene constante. Se añaden 12,9 g de cloruro de calcio al sistema y se mezclan durante otros 5 minutos. La mezcla resultante se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos. La mezcla centrifugada se divide en dos capas discretas. La capa superior se desecha y la capa inferior se recupera.

Se recoge toda la capa inferior y se lava de nuevo con 4.300 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 12,9 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. La recuperación y el lavado adicional de la capa inferior se repiten durante un total de tres veces más, para un total de 5 lavados con 12,9 g de cloruro de calcio.

Después del quinto lavado, la capa inferior se recoge y se lava de nuevo en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 3.900 g de agua a 60 °C durante 5 minutos, manteniendo la temperatura constante. Se añaden 6,45 g de cloruro de calcio al sistema y se mezcla durante otros 5 minutos. La mezcla se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos y la capa inferior se recupera de nuevo para un lavado posterior. El proceso de recogida de la capa inferior, el lavado adicional en presencia de 6,45 g de cloruro de calcio, y la centrifugación se repiten un total de tres veces más.

Después de un total de nueve lavados, la capa inferior se recupera y se seca en un horno de vacío a 45 °C y 1 mmHg durante 12 horas para producir una composición de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado.

La composición del producto final se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 8B**.

DMSO	Jabón/FFA	Sacarosa	Ceniza sulfatada	Valor ácido	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,1 ppm	2,9	0,0	1,2 %	3	64,5	27,7	4,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 8B

#### Ejemplo 9

En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 79 g (0,0328 moles) de poliéster de sacarosa que tiene un grado de esterificación de 96 %; 11,0 g (0,0322 moles) de sacarosa; 2,0 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 560 g de disolvente sulfóxido de dimetilo que contiene menos de 50 ppm de agua. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. La mezcla de reacción inicial se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos para producir un producto de reacción inicial.

Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 200 g (0,585 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos.

Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 9A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,11	54,8	31,5	10,8	1,8	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 9A

El producto de reacción secundaria pesa 858 g y se trata con 1,3 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,013 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado en un baño de agua a 65 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 426 g.

Se mezclan 426 g del producto de reacción terciaria en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 1.500 g de n-butanol a 60 °C durante 15 minutos. La temperatura se mantiene constante. La mezcla resultante se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos. La mezcla centrifugada se divide en dos capas discretas. La capa superior se desecha y la capa inferior se recupera.

Después del lavado, la capa inferior se recupera y se seca en un horno de vacío a 45 °C y 1 mmHg durante 12 horas para producir una composición de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado.

La composición del producto final se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 9B**.

Jabón/FFA	Sacarosa	Ceniza sulfatada	Valor ácido	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
2,1	8,4	0,5 %	2	60,6	25,4	3,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 9B

5

Ejemplo 10

En el presente ejemplo, una mezcla de reacción inicial comprende 79 g (0,0328 moles) de poliéster de sacarosa que tiene un grado de esterificación de 96 %; 11,0 g (0,0322 moles) de sacarosa; 2,0 g (0,0145 moles) de carbonato de potasio; y 560 g de disolvente sulfóxido de dimetilo que contiene menos de 50 ppm de agua. Antes de su uso en la mezcla de reacción inicial la sacarosa y el catalizador se secaron en un horno de vacío durante 12 horas. La agitación se aplica durante 60 minutos a la mezcla de reacción inicial heterogénea para producir un grado adecuado de homogeneidad. El grado de agitación se cuantifica mediante un número de Weber de 10.000. La mezcla de reacción inicial se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos para producir un producto de reacción inicial.

15

Se añade una mezcla de reacción secundaria que comprende 200 g (0,585 moles) de sacarosa al producto de reacción inicial. Puesto que la combinación presenta un grado adecuado de homogeneidad, no se requiere agitación adicional más allá del simple mezclado de los componentes para garantizar una distribución uniforme del calor. La combinación se hace reaccionar a 110 °C durante 60 minutos.

20

Una muestra del producto de reacción secundaria se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 10A**.

Jabón	Sacarosa	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
1,11	54,8	31,5	10,8	1,8	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 10A

25

El producto de reacción secundaria pesa 858 g y se trata con 1,3 g de ácido clorhídrico al 36,5 % (0,013 mol) para neutralizar el catalizador restante. La mezcla se evapora a continuación en un matraz de fondo redondo calentado en un baño de agua a 65 °C, con una presión de 0,5 mmHg, durante 120 minutos para formar un producto de reacción terciaria. El producto de reacción terciaria pesa 426 g.

30

Se mezclan 420 g del producto de reacción terciaria en un recipiente de mezclado de acero inoxidable con 1.000 g de etanol a 60 °C durante 15 minutos. La temperatura se mantiene constante. La mezcla resultante se centrifuga a 5.000 G durante 10 minutos. La mezcla centrifugada se divide en dos capas discretas. La capa superior se desecha y la capa inferior se recupera.

35

Después del lavado, la capa inferior se recupera y se seca en un horno de vacío a 45 °C y 1 mmHg durante 12 horas para producir una composición de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado.

40

La composición del producto final se analiza mediante SFC y se halla que tiene la composición, en función al peso seco, de la **Tabla 10B**.

Jabón/FFA	Sacarosa	Ceniza sulfatada	Valor ácido	SE <sub>1</sub>	SE <sub>2</sub>	SE <sub>3</sub>	SE <sub>4</sub>	SE <sub>5</sub>	SE <sub>6</sub>	SE <sub>7</sub>	SE <sub>8</sub>
2,4	20,0	0,5 %	2	47,5	19,5	3,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tabla 10B

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición de poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado caracterizada porque comprende:
- 5
- i) menos de 5 % de poliol;
  - ii) menos de 5 ppm de disolvente residual;
  - iii) menos de 700 ppm de ésteres de alquilo inferiores;
  - iv) menos de 5 % de una mezcla de jabón y ácido graso libre;
  - 10 v) menos de 3 % de ceniza;
  - vi) un valor ácido de menos de 6, y
  - vii) un grado de esterificación de menos de 40 %, preferiblemente menos de 30 %, más preferiblemente menos de 18 %.
- 15 2. La composición de la reivindicación 1 en donde dicho disolvente se selecciona del grupo que consiste en sulfóxido de dimetilo, n-metil formamida, sulfato de dimetilo, formamida, y mezclas de estos, preferiblemente el disolvente es sulfóxido de dimetilo.
- 20 3. La composición de la reivindicación 1 en donde los ésteres de alquilo inferiores se seleccionan del grupo que consiste en ésteres metílicos, ésteres etílicos, ésteres propílicos, ésteres butílicos, y mezclas de estos.
- 25 4. La composición de la reivindicación 1 en donde dicho poliéster de ácido graso de poliol parcialmente esterificado y purificado es poliéster de ácido graso de sacarosa parcialmente esterificado y purificado y dicho poliol es sacarosa, y en donde dicha composición comprende menos de 2 % de dicho poliol, menos de 3 ppm de dicho disolvente, menos de 600 ppm de dichos ésteres de alquilo inferiores, menos de 31/o de dicha mezcla de jabón y ácido graso, menos de 1,4 % de dicha ceniza, y dicho valor ácido es menos de aproximadamente 4.
- 30 5. Un composición según la reivindicación 1 caracterizada porque comprende:
- i) menos de 4 % de sacarosa;
  - ii) menos de 3 ppm de disolvente residual;
  - iii) menos de 700 ppm de ésteres de alquilo inferiores;
  - iv) menos de 5 % de mezcla de jabón y ácido graso libre;
  - 35 v) menos de 3 % de ceniza;
  - vi) un valor ácido de menos de 4, y
  - vii) un grado de esterificación de menos de 40 %, preferiblemente menos de 30 %, más preferiblemente menos de 18 %.
- 40 6. La composición de la reivindicación 5 en donde dicha composición comprende menos de 1 % de dicha sacarosa, menos de 2 ppm de dicho disolvente, menos de 650 ppm de dichos ésteres de alquilo inferiores, menos de 3 % de dicha mezcla de jabón y ácido graso, menos de 1,5 % de dicha ceniza, y dicho valor ácido es de menos de 2,5.
- 45 7. Uso de la composición como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1-6 en una composición de alimento.
- 50 8. Uso de la composición como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1-6 en una composición de bebida.
9. Uso de la composición como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1-6 en una composición de cosmético.