



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 282 706**

51 Int. Cl.:
C11C 3/14 (2006.01)
C07C 67/333 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03784096 .4**
86 Fecha de presentación : **29.07.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1527153**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **04.05.2005**

54 Título: **Procedimiento para la producción de ácido linoleico conjugado.**

30 Prioridad: **07.08.2002 DE 102 36 086**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.10.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.10.2007

73 Titular/es: **Cognis IP Management GmbH**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

72 Inventor/es: **Westfechtel, Alfred;**
Albiez, Wolfgang;
Busch, Stefan;
Zander, Lars y
Horlacher, Peter

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 282 706 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

Procedimiento para la producción de ácido linoleico conjugado.

5 **Campo de la invención**

La invención se encuentra en el campo de los ácidos grasos y se refiere a un nuevo procedimiento para la producción de ácido linoleico conjugado mediante saponificación de sus ésteres y neutralización con ácido fosfórico.

10 **Estado de la técnica**

Los ácidos linoleicos poliinsaturados con dobles enlaces conjugados, que están en el mercado bajo la denominación "CLA" (conjugated linoleic acid: ácido linoleico conjugado), pertenecen a los ácidos grasos esenciales para seres humanos y animales y por tanto se utilizan como aditivos para los alimentos. Habitualmente, para la producción de ácido linoleico conjugado se parte de triglicéridos, que disponen de un porcentaje elevado de ácido linoleico (habitualmente no conjugado), tal como por ejemplo aceite de girasol o cardo. Los triglicéridos se isomerizan en presencia de catalizadores básicos y se saponifican al mismo tiempo. A este respecto la desventaja es que por un lado la saponificación proporciona una cantidad de sustancias de desecho indeseables y además son necesarias cantidades elevadas de álcalis, lo que puede llevar rápidamente a corrosión en los reactores. Para evitar esto, se parte recientemente de manera preferible de ésteres alquílicos del ácido linoleico que en primer lugar se isomerizan para dar los ésteres de CLA y luego se saponifican. Sin embargo, a menudo debe tenerse en cuenta en este procedimiento que la carga de trabajo de la caldera es muy pequeña. Mediante cantidades de agua elevadas, rendimientos pequeños, así como productos secundarios indeseables, se reduce considerablemente la rentabilidad de este procedimiento.

25 El documento US 2001/0025113 describe la producción de CLA.

El objetivo de la presente invención ha consistido por tanto en proporcionar un procedimiento para la producción de ácido linoleico conjugado caracterizado por una alta rentabilidad y que lleva a un producto final con alto rendimiento y buena pureza.

30 **Descripción de la invención**

El objeto de la invención es un procedimiento para la producción de ácido linoleico conjugado, en el que

- 35 (a) se isomerizan ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico en presencia de alcoholatos alcalinos
- (b) se saponifican los ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico conjugados entonces en presencia de lejía alcalina con agua y
- 40 (c) se neutraliza el producto de saponificación con ácido fosfórico.

Se ha encontrado sorprendentemente que una neutralización de un producto de saponificación de éster de alquilo inferior de ácido linoleico con ácido fosfórico lleva a una carga de trabajo de la caldera muy buena en la producción de ácidos grasos conjugados. Se minimiza una esterificación regresiva tras la saponificación, de modo que durante la producción se generan pocos productos secundarios indeseados. Se obtiene, tras la neutralización con ácido fosfórico y subsiguiente separación de fases, un producto final con alto rendimiento y alta pureza debido al escaso contenido en ésteres.

50 *Ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico*

Como sustancias de partida para el procedimiento según la invención sirven los ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico, que preferiblemente siguen la fórmula (I),



en la que R¹CO representa el resto acilo de un ácido linoleico y R² representa un resto alquilo lineal o ramificado con de 1 a 5 átomos de carbono. Se utilizan especialmente ésteres etílicos y/o metílicos de ácido linoleico conjugados.

60 *Isomerización*

La isomerización de los ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico se lleva a cabo con alcoholatos alcalinos con inyección de gas inerte a temperaturas en el intervalo de desde 90 hasta 150°C, preferiblemente de 100 a 130°C y de manera especialmente preferible de 105 a 125°C.

65 En una forma de realización preferida se utilizan alcoholatos alcalinos con de 1 a 10 átomos de C como bases durante la isomerización, de manera especialmente preferible se utilizan metanolato de potasio, etanolato de potasio o t-butolato de potasio.

ES 2 282 706 T3

Saponificación

La saponificación de los ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico isomerizados con lejías alcalinas acuosas tiene lugar a temperaturas en el intervalo de desde 40 hasta 90°C, preferiblemente de 60 a 80°C y de manera especialmente preferible de 65 a 75°C. Se lleva a cabo hasta un grado de escisión de desde el 80 hasta el 100% en peso, preferiblemente superior al 98%.

Neutralización

La etapa más importante en el procedimiento para la realización económica (carga de trabajo de la caldera elevada) es la neutralización con ácido fosfórico y el reacondicionamiento mediante separación de fases, en los que las sales generadas permanecen disueltas en la fase acuosa. La neutralización con ácido fosfórico se utiliza preferiblemente en una concentración del 75-85% en peso. A este respecto también se trabaja en este caso a temperaturas en el intervalo de desde 40 hasta 90°C, preferiblemente de 60 a 80°C y especialmente preferible de 65 a 75°C. Antes de la neutralización puede ajustarse la mezcla básica mediante adición de agua hasta la viscosidad deseada.

Reacondicionamiento

A continuación de la neutralización, se lleva a cabo una separación de fases a de 50 a 100°C, preferiblemente de 70 a 90°C. La separación de fases se optimiza mediante temperaturas elevadas. Posteriormente, sigue un secado a vacío a más de 100°C, preferiblemente más de 110°C.

Ejemplo

Producción de ácido linoleico conjugado a partir de éster etílico de ácido linoleico

Se colocan previamente en un matraz térmico 1190 g de éster etílico de ácido linoleico y con agitación, inyección de nitrógeno y eliminación por destilación continua de etanol, se añadieron 60 g de etanolato de potasio (el 32% en peso) a una temperatura de 110°C. Tras la adición de 190 g de agua, se bombearon en el matraz a una temperatura de 70°C, 1070 g de una solución de hidróxido de potasio al 25% en peso para la saponificación. Después se añadieron a su vez con agitación 770 g de agua y se añadieron a una temperatura de 70°C 510 g de ácido fosfórico (el 85% en peso) para la neutralización. Posteriormente tuvo lugar la descarga de agua de lavado y la separación de fases siguiente a una temperatura de desde 70 hasta 90°C.

El ácido linoleico conjugado obtenido de este modo presentaba los siguientes datos de identificación:

Índice de acidez	199
Índice de saponificación	200
Índice de OH	4,9
Índice de yodo	162
Porcentaje insaponificable	0,1%

ES 2 282 706 T3

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de ácido linoleico conjugado, en el que

- 5 (a) se isomerizan ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico en presencia de alcoholatos alcalinos
- (b) se saponifican los ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico conjugados entonces en presencia de lejía alcalina con agua y
- 10 (c) se neutraliza el producto de saponificación con ácido fosfórico.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque se utilizan ésteres de alquilo inferior de ácido linoleico de fórmula (I),



en la que R^1CO representa el resto acilo de un ácido linoleico y R^2 representa un resto alquilo lineal o ramificado con de 1 a 5 átomos de carbono.

20 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y/o 2, **caracterizado** porque la isomerización se lleva a cabo a temperaturas en el intervalo de desde 90 hasta 150°C.

25 4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la saponificación se lleva a cabo a temperaturas en el intervalo de desde 40 hasta 90°C.

5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque la saponificación se lleva a cabo hasta un grado de escisión de desde el 80 hasta el 100% en peso.

30 6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque la neutralización se lleva a cabo con ácido fosfórico a temperaturas en el intervalo de desde 50 hasta 90°C.

35 7. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque la escisión que sigue a la neutralización se lleva a cabo a temperaturas en el intervalo de desde 50 hasta 100°C.

40

45

50

55

60

65