

**OBTENCIÓN DE UN SACAROÉSTER A PARTIR DE DERIVADOS DE ÁCIDOS  
GRASOS**

**FERLEY OROZCO PERDOMO**

**UNIVERSIDAD ICESI  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES  
QUIMÍA FARMACÉUTICA  
CALI  
2015**

**OBTENCIÓN DE UN SACAROÉSTER A PARTIR DE DERIVADOS DE ÁCIDOS  
GRASOS**

**FERLEY OROZCO PERDOMO**

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE  
PREGRADO EN QUÍMICA FARMACÉUTICA**

**Giovanni Rojas Jiménez. PhD  
DIRECTOR DEL PROYECTO  
CALI  
2015**

## **AGRADECIMIENTOS**

Quiero expresar mi más profundo y sincero agradecimiento a Dios, a mis padres Yineth Perdomo y José Robeiro Orozco quienes me han apoyado siempre, a mi hermana Celene Orozco, a mi esposa Vivian Andrea Hoyos que siempre ha estado a mi lado, a mi tío Julio Cesar Perdomo y a todas aquellas personas que han dado su aporte para la consecución del presente trabajo, entre ellas al joven investigador Diego Enríquez, a los profesores Nora Elena Valderrutén y Guillermo León Montoya por sus asesorías y en especial al Dr. G. Rojas, director de este proyecto, por su orientación y supervisión continúa del mismo, pero sobre todo por la motivación y el apoyo recibido a lo largo de este tiempo.

## CONTENIDO

RESUMEN.....	11
ABSTRACT.....	12
1. INTRODUCCIÓN .....	13
2. DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO .....	14
2.1. Planteamiento del problema .....	14
3. MARCO TEÓRICO.....	15
3.1. La sacarosa.....	16
3.2. Derivados de ácidos grasos involucrados.....	17
3.3. Sustitución nucleofílica .....	18
3.4. Utilización de halogenuros y ésteres como grupos salientes.....	19
3.5. Catálisis ácida.....	20
3.6. Transesterificación.....	21
4. OBJETIVOS .....	23
4.1. Objetivo general.....	23
4.2. Objetivos específicos .....	23
5. METODOLOGÍA.....	24
5.1. Procesos involucrados en la obtención del sacaroéster. ....	24
5.1.2. Activación del ácido esteárico mediante halogenación con cloruro de tionilo. 24	
5.1.3. Síntesis del sacaroéster a partir del cloruro de estearoilo .....	25
5.1.4. Síntesis del sacaroéster a partir de ácido esteárico (catálisis ácida)....	26
5.1.5. Obtención del éster de sacarosa vía transesterificación del metil estearato, laurato de vinilo, palmitato de isopropilo y miristato de isopropilo (catálisis básica).....	26
5.1.5.1. Transesterificación del metil estearato utilizando carbonato de potasio. 27	
5.1.5.2. Transesterificación del laurato de vinilo utilizando DBU, carbonato de potasio y fosfato de hidrogeno disódico. ....	27
6. RESULTADOS y DISCUSIÓN .....	31

6.1. Producto obtenido mediante la reacción química entre el cloruro de estearoilo y la sacarosa.....	31
6.2. Compuesto sintetizado a partir de la reacción química entre el ácido esteárico y la sacarosa. (Catálisis ácida) .....	35
6.3. Compuesto obtenido a partir de la reacción de metil estearato y sacarosa en presencia de carbonato de potasio. ....	42
6.4. Resultados obtenidos mediante las reacciones de la sacarosa con laurato de vinilo (en presencia de DBU), miristato y palmitato de isopropilo en presencia de carbonato de potasio.....	45
6.5. Sucroéster sintetizado a partir de laurato de vinilo en presencia de carbonato de potasio ( $K_2CO_3$ ).....	47
6.6. Sucroéster sintetizado a partir de laurato de vinilo en presencia de fosfato de hidrogeno dibásico ( $Na_2HPO_4$ ).....	53
7. CONCLUSIONES.....	60
8. RECOMENDACIONES .....	61
9. REFERENCIAS.....	62
10. ANEXOS.....	65

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Condiciones experimentales para la formación del sucroéster.....	31
<b>Tabla 2.</b> Cantidades de reactivos y condiciones experimentales utilizadas en la obtención del sucroéster.....	35
<b>Tabla 3.</b> Frecuencias representativas en las figuras 17, 22 y 23.....	36
<b>Tabla 4.</b> Cantidades de reactivos y condiciones experimentales utilizadas en la obtención del compuesto.....	42
<b>Tabla 5.</b> Reactivos y condiciones experimentales empleados en la obtención del sucroéster.....	47
<b>Tabla 6.</b> Rf de los productos sintetizados.....	48
<b>Tabla 7.</b> Reactivos y condiciones experimentales empleados en la obtención del sucroéster.....	54

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Estructura de la Sacarosa formada mediante un enlace glicosídico entre glucosa (inferior) y fructosa (superior). .....	16
<b>Figura 2</b> Estructuras del metil estearato, ácido esteárico y cloruro de estearoilo. 17	
<b>Figura 3.</b> Diferencia de las densidades electrónicas entre el carbono y el oxígeno del grupo carboxilo (Bruice Yurkanis, 2010a). .....	18
<b>Figura 4.</b> Mecanismo de reacción de una sustitución nucleofílica sobre el grupo acilo (Bruice Yurkanis, 2010d). .....	18
<b>Figura 5.</b> Mecanismo de obtención del éster de sacarosa a partir del cloruro de ácido esteárico. R: 17 carbonos, R <sub>1</sub> : esqueleto de sacarosa. El OH representa uno de los ocho grupos hidroxilos presentes en este azúcar. (Bruice Yurkanis, 2010c) .....	20
<b>Figura 6.</b> Mecanismo de la esterificación de Fischer. R: C <sub>17</sub> , R <sub>1</sub> : esqueleto de la sacarosa. ....	21
<b>Figura 7.</b> Síntesis del sucroéster vía transesterificación. R: cadena alquílica del derivado graso involucrado R <sub>1</sub> : esqueleto de la sacarosa. La formación del alcóxido de sacarosa esta mediada por la reacción del azúcar con la base empleada. ....	22
<b>Figura 8.</b> Obtención del cloruro de estearoilo. R= -(CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> -CH <sub>3</sub> .....	25
<b>Figura 9.</b> Síntesis del sacaroéster. Esta es una molécula propuesta ya que cualquier grupo hidroxilo de la sacarosa puede reaccionar con el cloruro de ácido pudiéndose producir varias sustituciones. R= -(CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> -CH <sub>3</sub> .....	26
<b>Figura 10.</b> Esquema de reacción para la obtención del posible sacaroéster. Catálisis ácida. R: C <sub>17</sub> . ....	26
<b>Figura 11.</b> Transesterificación catalizada por K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . R: C <sub>17</sub> . ....	27
<b>Figura 12.</b> Reacción entre el laurato de vinilo y la sacarosa utilizando DBU como catalizador. R: C <sub>12</sub> . ....	28
<b>Figura 13.</b> Reacción entre el laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . R: C <sub>11</sub> . ....	29
<b>Figura 14.</b> Reacción entre el laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> . R: C <sub>12</sub> . ....	29
<b>Figura 15.</b> Reacción entre el miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . R: C <sub>14</sub> . ....	30
<b>Figura 16.</b> Reacción entre el palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . R: C <sub>16</sub> . ....	30
<b>Figura 17.</b> Espectro IR del producto obtenido (superior) y ácido esteárico (inferior) .....	32
<b>Figura 18.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300 MHz del compuesto obtenido en DMSO-d mediante la reacción química del cloruro de estearoilo y la sacarosa. ....	33
<b>Figura 19.</b> Espectro RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz del compuesto obtenido en DMSO-d ...	34
<b>Figura 20.</b> Mecanismo de reacción entre el cloruro de tionilo y agua. ....	35
<b>Figura 21.</b> Espectro IR del estearato de sodio (S.Kinugasa et al., 2013-05-14a). 38	
<b>Figura 22.</b> Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción entre el ácido esteárico y la sacarosa. ....	38
<b>Figura 23.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300 MHz del compuesto obtenido en CDCl <sub>3</sub> mediante la reacción química del ácido esteárico y la sacarosa. ....	39

<b>Figura 24.</b> Espectro RMN $^{13}\text{C}$ a 75 MHz del compuesto obtenido en $\text{CDCl}_3$ mediante la reacción química del ácido esteárico y la sacarosa.....	40
<b>Figura 25.</b> Mecanismo de reacción para la formación del jabón (Carey, 2006a). .	41
<b>Figura 26.</b> Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción entre el metil estearato y la sacarosa.....	43
<b>Figura 27.</b> Espectro RMN $^1\text{H}$ a 300 MHz del compuesto obtenido en $\text{CDCl}_3$ mediante la reacción química del metil estearato y la sacarosa. ....	44
<b>Figura 28.</b> Espectro RMN $^{13}\text{C}$ a 75 MHz del compuesto obtenido en $\text{CDCl}_3$ mediante la reacción química del metil estearato y la sacarosa. ....	45
<b>Figura 29.</b> Cromatopla de los productos A y B purificados. Fase móvil acetato de etilo-metano (9:1).....	48
<b>Figura 30.</b> Espectro IR del sucroéster (Compuesto A) obtenido mediante la reacción química del laurato de vinilo y sacarosa en presencia de $\text{K}_2\text{CO}_3$ .....	49
<b>Figura 31.</b> Espectro IR de la sacarosa.....	50
<b>Figura 32.</b> Espectro IR del laurato de sacarosa (superior) y laurato de vinilo (inferior). ....	50
<b>Figura 33.</b> Estructura del laurato de sacarosa (RMN $^1\text{H}$ ). ....	51
<b>Figura 34.</b> Espectro RMN $^1\text{H}$ a 300 MHz del laurato de sacarosa ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) en (MeOD). ....	51
<b>Figura 35.</b> Estructura del laurato de sacarosa (RMN $^{13}\text{C}$ ).....	52
<b>Figura 36.</b> Espectro RMN $^{13}\text{C}$ a 75 MHz del laurato de sacarosa ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ). MeOD .....	53
<b>Figura 37.</b> Cromatopla del laurato de sacarosa, laurato de vinilo y sacarosa. ..	54
<b>Figura 38.</b> Espectro IR del laurato de sacarosa ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ).....	55
<b>Figura 39.</b> Espectros IR del laurato de sacarosa (superior) y laurato de vinilo (inferior). ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) .....	56
<b>Figura 40.</b> Estructura química del di-laurato de sacarosa .....	57
<b>Figura 41.</b> Espectro RMN $^1\text{H}$ a 300 MHz del laurato de sacarosa ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ). (MeOD) .....	57
<b>Figura 42.</b> Estructura química del di-laurato de sacarosa (RMN $^{13}\text{C}$ ) .....	58
<b>Figura 43.</b> Espectro RMN $^{13}\text{C}$ a 75 MHz del di-laurato de sacarosa (MeOD). .....	58



## LISTA DE ANEXOS.

<b>Anexo 1.</b> Estructuras del laurato de vinilo, palmitato de isopropilo, y miristato de isopropilo. ....	655
<b>Anexo 2.</b> Mecanismo de reacción para la halogenación del ácido esteárico. ....	655
<b>Anexo 3.</b> Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 25 °C.....	666
<b>Anexo 4.</b> Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 50 °C.....	666
<b>Anexo 5.</b> Espectro RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 25 °C. (CDCl <sub>3</sub> ) .....	677
<b>Anexo 6.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 25 °C. (CDCl <sub>3</sub> ) .....	678
<b>Anexo 7.</b> Espectro RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 50 °C. (CDCl <sub>3</sub> ) .....	688
<b>Anexo 8.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 50 °C. (CDCl <sub>3</sub> ).69	
<b>Anexo 9.</b> Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> .....	690
<b>Anexo 10.</b> Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . ....	690
<b>Anexo 11.</b> Espectro RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . ....	71
<b>Anexo 12.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300MHz del compuesto obtenido de la reacción química del miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . ....	712
<b>Anexo 13.</b> Espectro RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . ....	712
<b>Anexo 14.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . ....	723
<b>Anexo 15.</b> Espectro RMN <sup>1</sup> H a 300 MHz del laurato de potasio. CDCl <sub>3</sub> .....	723
<b>Anexo 16.</b> Espectro RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz del laurato de potasio. CDCl <sub>3</sub> .....	734
<b>Anexo 17.</b> Condiciones experimentales (Transesterificación).....	745
<b>Anexo 18.</b> Comparación de espectros RMN <sup>13</sup> C a 75 MHz de los datos más representativos .....	755

## RESUMEN

En esta investigación se buscó dar valor agregado a la sacarosa mediante la creación química de sucro-ésteres con posible actividad surfactante, fácilmente degradables y amigables con la naturaleza, con alta aplicabilidad en la industria de alimentos, farmacéutica y cosmética. De acuerdo con esto se exploró la síntesis de productos derivados de éster de sacarosa a partir de la reacción entre azúcar comercial y derivados de ácidos grasos tales como cloruro de estearoilo, metil estearato, laurato de vinilo, palmitato de isopropilo, miristato de isopropilo y ácido esteárico. A partir de lo anterior se llevaron a cabo reacciones de transesterificación y esterificación en condiciones específicas, posteriormente se realizaron procesos de purificación por cromatografía en columna y caracterización de las moléculas sintetizadas mediante espectroscopía infrarroja y resonancia magnética nuclear protónica. Una vez culminados todos los procesos involucrados con la síntesis se obtuvo dos sucroésteres provenientes de la reacción de la sacarosa con el laurato de vinilo, con lo cual se puede concluir que, de los derivados grasos empleados, el más adecuado para esta clase de reacción fue el laurato de vinilo.

En futuros proyectos se estudiarán las condiciones óptimas de reacción en las cuales se puedan obtener productos con buenos rendimientos, así mismo se estudiará las propiedades surfactantes de los productos obtenidos y con ello su posible aplicabilidad en las industrias ya mencionadas.

**Palabras claves:** sucroester, ácidos grasos, transesterificación, esterificación, surfactante.

## ABSTRACT

This research aimed to give more value to sucrose through the chemical production of sucroesters with surfactant activity, easily degradable and environmental friendly with application in food, pharmaceutical and cosmetic industries. Sucrose ester derivatives were obtained from the reaction between commercial sugar and fatty acid derivatives such as stearoil chloride, methyl stearate, vinyl laurate, isopropyl palmitate, isopropyl myristate and stearic acid. Reactions of transesterification and esterification in specific conditions were carried out, followed by purification process via column chromatography and characterization of the synthesized molecules by infrared spectroscopy (IR) and Nuclear Magnetic Resonance ( $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR). When every process involved with the synthesis was finished, two sucroesters through the reaction of sucrose with vinyl laurate were obtained. In conclusion vinyl laurate was the best acid derivative for the studied reaction.

Further investigations will study the conditions reaction to achieve products with higher yields. On the other hand, it will be investigated the surfactant properties of the obtained products along with their possible industrial applications.

**Key words:** sucroesters, fatty acids, transesterification, esterification, surfactant.

## 1. INTRODUCCIÓN

La obtención de compuestos químicos derivados de la sacarosa hace parte de un concepto denominado como sacaroquímica o también conocido como sucroquímica, de acuerdo con Queneau y Fitremann (Yves, 2010a), este término se refiere a la química que utiliza la sacarosa como fuente principal para la producción de derivados con importante utilidad en la industria agrícola y cosmética. La sacaroquímica contempla la sustitución de productos a base de petróleo, mediante la puesta a punto de métodos económicos de transformación de este azúcar; esto es posible gracias a su abundancia, además del bajo costo de producción y su carácter renovable. Esta temática surgió con la necesidad de darle un mayor valor agregado a la sacarosa, ya que un alto porcentaje se centra solo en fines alimenticios, sin tener en cuenta que su facilidad de purificación a bajo costo podría inferir en la producción de compuestos, con mayor aplicabilidad en otros campos de investigación. Otra causa no menos importante para el nacimiento de la sacaroquímica consiste en el agotamiento de recursos fósiles, lo cual ha generado la búsqueda de nuevas técnicas de transformación de la sacarosa y otros tipos de azúcares con características similares.

El estudio de la sacarosa y otros tipos de azúcares radica en aspectos relevantes tales como: entender y controlar la reactividad química de estas moléculas, ya que cuentan con grupos hidroxilos en su estructura fácilmente sustituibles que al reaccionar con otros compuestos pueden generar mezclas complejas de productos con diferentes propiedades químicas. Otro aspecto de gran importancia está relacionado con la implementación de técnicas de transformación simples, selectivas, poco costosas que permitan orientar la síntesis hacia productos fáciles de purificar y la generación de compuestos biocompatibles y de baja toxicidad.

Bajo el contexto descrito anteriormente, esta investigación pretende dar valor agregado a la sacarosa mediante la creación química de sucroésteres con posible actividad surfactante, fácilmente degradables y amigables con la naturaleza, con alta aplicabilidad en la industria farmacéutica y cosmética. De acuerdo con lo anterior se busca producir, por lo menos, un derivado de éster de sacarosa a partir de la reacción de azúcar comercial con derivados de ácidos grasos, mediante reacciones de esterificación y transesterificación bajo condiciones específicas y la realización de posteriores procesos de purificación y caracterización de las moléculas sintetizadas. De acuerdo con los parámetros establecidos, se espera obtener el compuesto deseado con porcentajes de rendimiento representativos, fácilmente purificable y reproducible.

## 2. DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO

### 2.1. Planteamiento del problema

A nivel mundial, la sacarosa y sus derivados son utilizados para fines alimenticios y menos del 2% de la producción es destinada para la generación de etanol por fermentación (Colonna, 2010a). Su uso para síntesis de compuestos tales como: polímeros tensoactivos, aditivos alimentarios e intermediarios de síntesis, con una posible y alta aplicabilidad en campos como agricultura, farmacéutica, cosmética o biomédica, es escaso o nulo (Yves, 2010a). Específicamente las industrias nacionales farmacéuticas y cosméticas, que necesitan de tensoactivos tradicionales para la fabricación de gran parte de sus productos, no han incursionado en procesos de investigación alternativos que involucren el desarrollo de moléculas derivadas de productos naturales como la sacarosa. Todas las materias primas que necesitan estas industrias para el desarrollo de sus medicamentos son importadas desde otros países, hecho que impide la creación e innovación de cualquier tipo de materia prima por parte de los laboratorios colombianos.

Colombia es un país con una alta producción de caña de azúcar, específicamente el Valle del Cauca es un departamento rico en producción de azúcar altamente purificada. A pesar de la riqueza de este compuesto en Colombia, su obtención se limita a la alimentación y su producción se relaciona con industrias paralelas que generan papel, etanol y energía. Con lo anterior, es posible que las industrias nacionales farmacéuticas y cosméticas promuevan el diseño y producción de derivados químicos de sacarosa que tengan gran incidencia en las mismas (Química Fina).

El valor agregado que se busca dar a la sacarosa en este proyecto, mediante la creación de sucroésteres con posible actividad surfactante, lleva consigo la utilización de conceptos fundamentales de química orgánica que sirven como herramienta para establecer técnicas de obtención sencillas y económicas, que garanticen la producción de ésteres de sacarosa fácilmente purificables y biodegradables. Con esto se quiere ofrecer una pequeña contribución hacia la promoción en investigación y generación de nuevas moléculas derivadas de productos naturales con alta aplicabilidad en diferentes industrias, y el aprovechamiento de recursos naturales en el contexto nacional.

### 3. MARCO TEÓRICO

Este proyecto se enmarca bajo la temática denominada como sucroquímica que contempla la utilización de la sacarosa como fuente de materia prima para la producción de diversos derivados químicos de utilidad corriente y de gran producción (Yves, 2010a). Dentro de los productos obtenidos se encuentra los polímeros tensioactivos, aditivos alimentarios e intermediarios de síntesis.

Aunque es una temática que surge varias décadas atrás (OSIPOW et al., 1956), la poca importancia que se presta actualmente a los productos derivados de sacarosa, como compuestos competitivos frente a moléculas convencionales, radica en el poco conocimiento que hay acerca de los métodos de obtención y caracterización, así como en las propiedades de dichos compuestos. Es por esto que los principales objetivos de la sacaroquímica se enfocan en la puesta a punto de procedimientos poco costosos, selectivos y sencillos para la síntesis de azúcares modificados (Yves, 2010b). De acuerdo con lo anterior, en este proyecto será necesario controlar parámetros tales como: la reactividad de los 8 grupos hidroxilo del azúcar mediante técnicas de transformación apropiadas (métodos más selectivos), los reactivos y las condiciones de reacción. Esto último afectará el grado de sustitución de estos grupos en la estructura de la sacarosa y por lo tanto las propiedades de los productos formados.

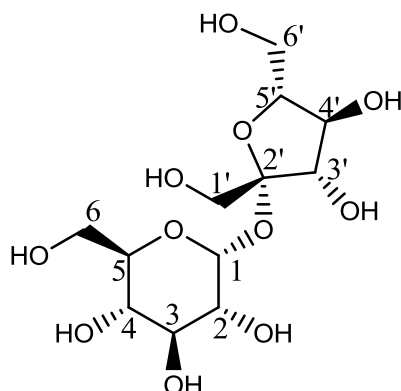
Dentro de las investigaciones realizadas hasta la fecha se pueden mencionar estudios tales como la creación de poliésteres de sacarosa mediante la reacción de éster de sacarosa con un éster metílico, además de la obtención de un monoéster de sacarosa a partir de metil estearato y carbonato de potasio como catalizador (OSIPOW et al., 1956). En otra investigación también se obtuvo poliésteres de sacarosa mediante una reacción de transesterificación del azúcar con ésteres metílicos de cadenas largas, el proceso se realizó en dos etapas y se empleó jabones sintetizados a partir de sales de potasio como solvente con el objetivo de evitar la utilización de solventes tóxicos (P. and M., 1978). En la década de los 90s fueron sintetizados monoésteres y diésteres de sacarosa a través de 3-aciltiazolidina-2-tiona utilizando trietilamina y 1,8-diazabicyclo {5,4,0} undec-7-eno (DBU) por sus siglas en inglés (Krystyna et al., 1994). Por otra parte se han obtenido ésteres de sacarosa en posiciones 6 y 6',3' por el método "stannylene acetal", partiendo del respectivo cloruro de acilo en dimetilformamida (DMF) con piridina como catalizador (Wang et al., 2007). En estudios más recientes se ha utilizado radiación ultrasónica para obtener sucroésteres, empleando ésteres vinílicos en dimetilsulfoxido (DMSO) y carbonato de potasio como catalizador (Huang et al., 2010).

En la búsqueda de una mayor utilidad para la sacarosa, y buscando con ello realizar un pequeño aporte hacia la investigación y síntesis de nuevos compuestos que puedan llegar a competir con productos ya instaurados en las industrias, se tomarán como base los conceptos descritos en párrafos anteriores para el

desarrollo y obtención del sucroéster. Antes de establecer los métodos de transformación y las condiciones de reacción, se realizará una breve descripción sobre los aspectos físicos y químicos más relevantes de los compuestos utilizados, además de las rutas sintéticas involucradas en la obtención del compuesto de interés.

### 3.1. La sacarosa.

Es el disacárido más abundante en la naturaleza, se encuentra en las frutas y es comercialmente obtenida a partir de la caña de azúcar y la remolacha azucarera. Tal como se observa en la figura 1, está formada por la unión entre glucosa y fructosa por medio de un enlace glicosídico 1→2 (Salas, 2004). Este tipo de enlace es fácilmente hidrolizable a pH ácido (pH = 4) dando como resultado sus respectivos monosacáridos. Además de su esqueleto de carbono, la sacarosa está compuesta por 8 grupos hidroxilo susceptibles a ser sustituidos, por lo que al reaccionar con otros compuestos se pueden generar mezclas complejas de productos con diferentes propiedades químicas.



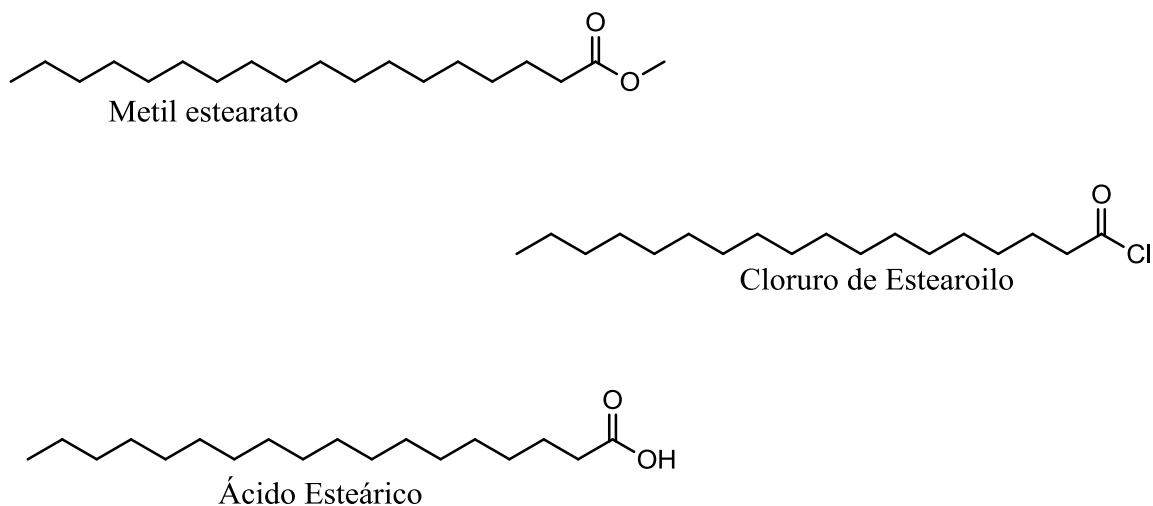
**Figura 1.** Estructura de la Sacarosa formada mediante un enlace glicosídico entre glucosa (inferior) y fructosa (superior).

El enlace O-glicosídico es susceptible de hidrólisis a pH ácido, lo que es un problema si se quiere un derivado en el que se conserve el esqueleto del disacárido, mediante una transformación catalizada por ácidos. No se puede afirmar que los grupos hidroxilos primarios (6, 1' y 6') son los más propensos a la sustitución por otro compuesto, según las condiciones de reacción y la naturaleza del reactivo que se desea fijar sobre el azúcar, es posible orientar la transformación del azúcar hacia sustituciones en diferentes posiciones (Yves, 2010b). Es importante mencionar que determinadas sustituciones se pueden realizar de acuerdo con la selectividad química de un hidroxilo con respecto a las otras, o por medio de la termodinámica de la reacción si la reacción es o no reversible. Tanto la primera situación como la segunda son igual de importantes

para transformación del azúcar. La selectividad química permite controlar el grado de sustitución, es posible llevar la reacción hasta el producto requerido, una vez la posición más reactiva se haya sustituido. De acuerdo con la termodinámica de la reacción, se puede orientar el equilibrio de la reacción hacia la formación de productos mediante procesos de destilación o evaporación de subproductos de reacción.

### 3.2. Derivados de ácidos grasos involucrados.

Dentro de los derivados de ácidos grasos propuestos para la síntesis del sacaroéster se encuentran el cloruro de estearoilo, metil estearato, laurato de vinilo, palmitato de isopropilo, miristato de isopropilo y ácido esteárico. En la figura 2 se representan algunos de estos compuestos, en anexos se podrán encontrar los demás. Este tipo de compuestos provienen de ácidos grasos saturados presentes en aceites, grasas animales y vegetales. La diferencia radica en el número de átomos de carbono que compone la cadena alquílica y con ello el estado de agregación, y en el grupo funcional asociado al ácido. Son moléculas flexibles que pueden adoptar diferentes estados conformacionales, siendo el extendido el de menor energía ya que hay menor interferencia entre sus grupos metilenos vecinos (Wiley, 2006). Una vez formado el sacaroéster, dependiendo del derivado de ácido utilizado, éste sería el componente hidrofóbico del producto principal.



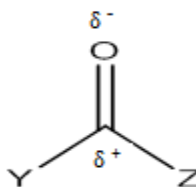
**Figura 2** Estructuras del metil estearato, ácido esteárico y cloruro de estearoilo.

Conocidas las propiedades de los reactivos, a continuación se mostrarán los métodos de transformación que serán utilizados. Es importante mencionar que las reacciones que se describen en este proyecto involucran mecanismos de sustitución nucleofílica, con lo cual se hace necesario presentar una descripción general acerca de este tipo de reacción.



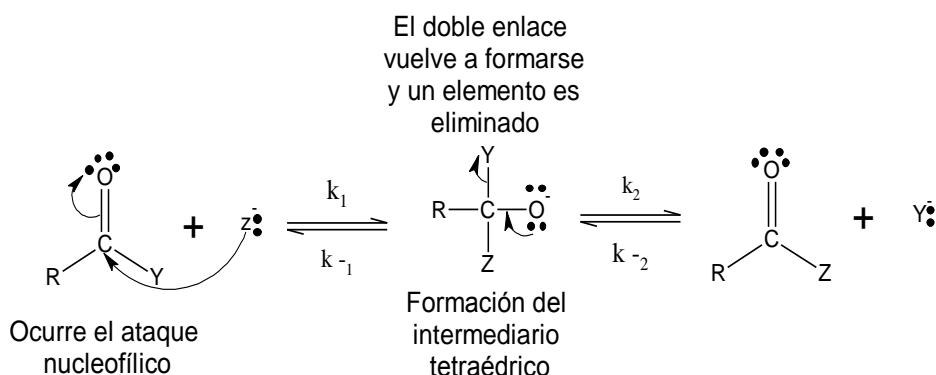
### 3.3. Sustitución nucleofílica

La reactividad del carbono del grupo carboxilo está dada por la polaridad del enlace C=O, así pues, el carbono deficiente en electrones puede sufrir un ataque nucleofílico (Bruice, 2010).



**Figura 3.** Diferencia de las densidades electrónicas entre el carbono y el oxígeno del grupo carboxilo (Bruice Yurkanis, 2010a).

Cuando un nucleófilo ataca al carbono del grupo carboxilo, el enlace más débil de este grupo se rompe (el enlace  $\pi$  carbono-oxígeno), formándose un intermediario tetraédrico inestable. El enlace  $\pi$  es formado nuevamente y el mejor grupo saliente ( $Y^-$  o  $Z^-$ ) es eliminado del intermediario tetraédrico. La eliminación de cualquiera de los dos grupos ( $Y^-$  o  $Z^-$ ) del intermediario tetraédrico depende de sus basicidades relativas, una base débil será mejor grupo saliente ya que no comparte sus electrones tan bien como lo hace una base fuerte; las bases fuertes son buenos dadores de pares de electrones, mientras que los grupos salientes eficaces deben ser buenos aceptores de electrones, ya que cuando salen, lo hacen con el par de electrones enlazante que compartía con el átomo de carbono (Weininger, 1988). Si  $Z^-$  es una base más débil que  $Y^-$ , este nucleófilo atacante será eliminado y  $k_{-1} > k_2$ . La reacción no tendrá formación de productos y el equilibrio será desplazado hacia los reactivos. Por otra parte, si ambas moléculas tienen basicidades parecidas, se generaran mezclas de productos que contengan a  $Y^-$  o  $Z^-$ . Esta reacción es conocida como *sustitución nucleofílica* porque un nucleófilo ( $Z^-$ ) reemplaza al sustituyente ( $Y^-$ ) en el grupo acilo (Bruice Yurkanis, 2010b).



**Figura 4.** Mecanismo de reacción de una sustitución nucleofílica sobre el grupo acilo (Bruice Yurkanis, 2010d).

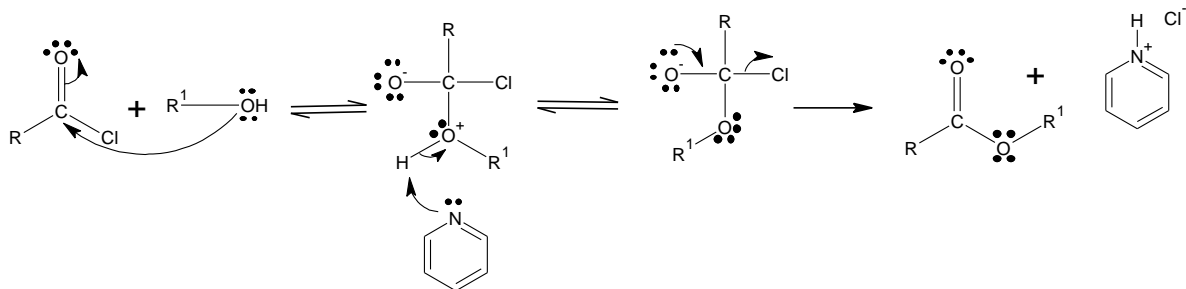
Los ácidos carboxílicos son poco reactivos para sufrir una sustitución nucleofílica porque el OH es una base fuerte y con ello un pobre grupo saliente. Esto conlleva a la implementación de estrategias que consisten en partir desde ácidos grasos funcionalizados con buenos grupos salientes.

### **3.4. Utilización de halogenuros y ésteres como grupos salientes**

Generalmente los halogenuros ( $X^-$ ) son especies que pueden estar en su forma ionizada sin tener que compartir su par de electrones con otras moléculas, propiedad que los convierte en excelentes grupos salientes; este comportamiento se fundamenta en la capacidad que tienen estos grupos de deslocalizar su carga en un volumen de espacio relativamente grande, esto hace que sus enlaces sean fáciles de romper (Weininger, 1988). Es por esto que son utilizados como intermediarios para la generación de derivados de ácido, entre ellos los anhídridos, ésteres y las amidas. Particularmente los cloruros de acilo son comúnmente usados como una forma activada del ácido carboxílico. La reactividad del cloruro de ácido se debe a que tanto el átomo de oxígeno como el átomo de cloro, retiran la densidad electrónica del carbono del carbonilo haciéndolo fuertemente electrófilo (Wade, 2010b). Los cloruros de ácido reaccionan con una amplia variedad de nucleófilos, generalmente a través de mecanismos de sustitución nucleofílica. Estos derivados de ácido son generalmente preparados a partir de la reacción del ácido con cloruro de tionilo (Carey, 2006c). Además del producto deseado, en esta reacción también se generan subproductos tales como dióxido de azufre y ácido clorhídrico en forma gaseosa direccionando el equilibrio de la reacción a favor de los productos.

Por otra parte están los ésteres en los cuales el grupo carbonilo se estabiliza por la donación de electrones del oxígeno, haciendo que éstos estén mucho más estabilizados que los cloruros de acilo y por tanto menos reactivos (Carey, 2006).

El cloruro de acilo es el más reactivo dentro de los agentes acilantes derivados de los ácidos carboxílicos (Carey, 2006d). Esta reactividad obliga a que la producción del sacaroéster se establezca a temperaturas bajas para evitar la síntesis de mezclas complejas de difícil purificación. A continuación en la figura 5 se presenta el mecanismo establecido para la síntesis del éster de sacarosa a partir del cloruro de ácido esteárico.

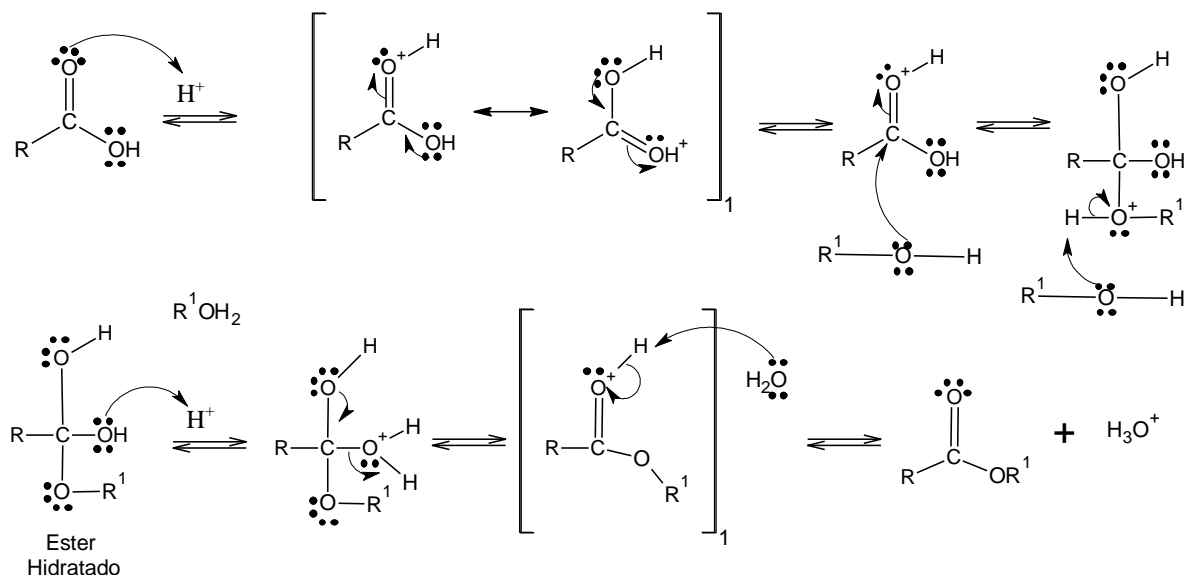


**Figura 5.** Mecanismo de obtención del éster de sacarosa a partir del cloruro de ácido esteárico. R: 17carbonos, R<sub>1</sub>: esqueleto de sacarosa. El OH representa uno de los ocho grupos hidroxilos presentes en este azúcar. (Bruice Yurkanis, 2010c)

En una situación eventual sería posible establecer otro catalizador básico como alternativa a la piridina debido a los efectos nocivos de este compuesto. Se podría aprovechar la utilización del DBU (usado en metodologías posteriores) como sustituto de la piridina.

### 3.5. Catálisis ácida.

La esterificación de Fischer convierte ácidos carboxílicos y alcoholes directamente a ésteres, mediante una reacción de tipo sustitución nucleofílica catalizada por ácido (Wade, 2010a). En esta reacción el grupo hidroxilo del ácido es reemplazado por el grupo -OR del alcohol, la catálisis ácida es necesaria ya que el grupo carbonilo del ácido no es lo suficientemente electrófilo para ser atacado por un alcohol. Tal como se observa en la figura 4, el catalizador ácido protona al oxígeno del grupo carbonilo haciendo que se comparta un par de electrones y como consecuencia que haya una deslocalización de cargas positivas, con lo cual el ácido carboxílico se vuelve susceptible hacia el ataque del alcohol, posteriormente se pierde un protón del intermediario formado y se genera un éster hidratado. Este último vuelve y se protona perdiendo una molécula de agua dando como resultado otra estructura resonante, que puede ser atacada por el H<sub>2</sub>O que antes se había eliminado produciendo la pérdida de un segundo protón y la formación del éster y agua como subproducto.



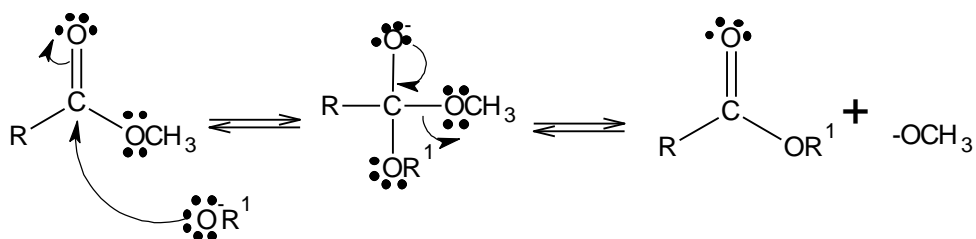
**Figura 6.** Mecanismo de la esterificación de Fischer. R: C<sub>17</sub>, R<sub>1</sub>: esqueleto de la sacarosa.

La esterificación de Fischer es una estrategia poco viable para la producción de ésteres de sacarosa por las condiciones ácidas de la reacción. Sin embargo, en este proyecto se ha visto esta clase de reacción química como una estrategia en la que posiblemente se puedan encontrar buenos resultados en la formación del sacaroéster, bajo condiciones controladas de pH. Es importante mencionar que para posicionar el equilibrio hacia la formación de los productos existen varias estrategias: se puede utilizar en exceso el ácido esteárico o la sacarosa, o se puede utilizar una trampa para agua (Dean-Stark) que elimine al agua producida (Carey, 2006b).

### 3.6. Transesterificación

En este método, al igual que en los anteriores, se busca que el carbono del grupo carbonilo sea lo suficientemente electrófilo para ser atacado por compuestos nucleófilos. Para esta reacción el punto de partida es un éster en el cual su grupo alcóxido (-OR) será sustituido por el componente alcóxido del alcohol mediante una catálisis ácida o básica (Wade, 2010c). La reactividad del compuesto éster como agente acilante es menor frente a la del cloruro, sin embargo esto puede ser un aspecto importante para evitar la producción de mezclas complejas. El equilibrio de la reacción puede ser orientado hacia los productos a través de la adición en exceso del alcohol reaccionante o la remoción del alcohol que se genera como producto secundario. Al igual que las anteriores reacciones, la transesterificación catalizada por bases sigue un mecanismo de sustitución nucleófila.

En este tipo de transformación (figura 7) se utilizarán diferentes tipos de bases, entre ellas carbonato de potasio, fosfato de hidrogeno disódico y una base conocida con el nombre DBU (1,8-Diazabicyclo [5.4.0] undec-7-ene). La utilización de diferentes tipos de bases tiene como fin último la obtención del éster de sacarosa, y en procesos posteriores se podría evaluar el efecto que tiene cada base sobre el grado de selectividad en la reacción entre el ácido graso funcionalizado y la sacarosa. Varios experimentos llevados a cabo empleando carbonato de potasio (Huang et al., 2010), fosfato de hidrogeno disódico (Angeles et al., 2001) y DBU (Colonna, 2010b) como catalizadores en el desarrollo de sacroésteres, han dado buenos rendimientos en la preparación selectiva de monoésteres en el hidroxilo 6 y 6' de la sacarosa.



**Figura 7.** Síntesis del sucroéster vía transesterificación. R: cadena alquílica del derivado graso involucrado R<sub>1</sub>: esqueleto de la sacarosa. La formación del alcóxido de sacarosa esta mediada por la reacción del azúcar con la base empleada.

## 4. OBJETIVOS

### 4.1. Objetivo general

Producir derivados de ésteres de sacarosa a partir de la reacción química de azúcar comercial y derivados de ácidos grasos.

### 4.2. Objetivos específicos

- 4.2.1. Establecer una metodología para realizar una reacción química de esterificación y transesterificación entre la sacarosa y derivados de ácidos grasos.
- 4.2.2. Mediante técnicas convencionales de laboratorio purificar el éster de sacarosa obtenido.
- 4.2.3. Caracterizar mediante técnicas instrumentales (IR, RMN-<sup>13</sup>C, <sup>1</sup>H) la estructura primaria de la molécula sintetizada.

## 5. METODOLOGÍA

### 5.1. Procesos involucrados en la obtención del sacaroéster.

#### 5.1.1. Generalidades

Los productos químicos tales como piridina, DMSO, laurato de vinilo, metil estearato, y DBU, fueron comprados a Sigma-Aldrich, otros compuestos tales como sacarosa, carbonato de potasio, fosfato de hidrogeno disódico, ácido esteárico, palmitato de isopropilo, miristato de isopropilo y aquellos utilizados en procesos de extracción y purificación fueron suministrados por la universidad Icesi. Los análisis de resonancia magnética nuclear (RMN<sup>13</sup>C,<sup>1</sup>H) e infrarrojo (IR) empleados para la elucidación de todos los compuestos obtenidos fueron realizados con la colaboración de la universidad de Florida (Estados Unidos). Los espectros de RMN fueron tomados en un equipo Bruker de 300 MHz. Todos los espectros RMN 1H (300 MHz) y RMN 13C (75 MHz) fueron tomados en CDCl<sub>3</sub> y MeOH-d. Los desplazamientos químicos fueron referenciados a la señal residual del cloroformo (7.27 ppm para 1H, 77.23 ppm para 13C) con 0.03% v/v de TMS como referencia interna. Los patrones de desplazamiento de RMN fueron designados como: s, singulete; d, doblete; t, triplete; m, multiplete. Los espectros IR se realizaron en un equipo PerkinElmer FTIR Spectrum One con un dispositivo ATR.

Una vez finalizadas las reacciones propuestas, las extracciones o separaciones de la fase orgánica y la fase acuosa se realizaron empleando una mezcla de 1-butanol y NaCl acuoso al 25%, con posteriores lavados de la fase orgánica con una solución de cloruro de sodio al 25%. El butanol de la fase orgánica se evaporó a presión reducida y utilizando calor. Los procesos de purificación para todos los productos se llevaron a cabo por cromatografía en columna utilizando silica gel, tamaño de partícula 0,040-0,060mm.

Todas las reacciones fueron monitorizadas mediante cromatografía de capa delgada (CCD), empleando como fase móvil mezclas de cloroformo-metanol (4:1) y acetato de etilo-metanol (9:1). Para el revelado de las placas se utilizaron soluciones de para-anisaldehído y vainillina, en algunos casos se hizo uso de la cámara de yodo para aquellos ácidos que no se podían observar a través de los reveladores mencionados.

#### 5.1.2. Activación del ácido esteárico mediante halogenación con cloruro de tionilo.

Se realizó la síntesis del cloruro de estearoilo mediante la reacción de ácido esteárico con un exceso de cloruro de tionilo (figura 8). La reacción se llevó a cabo

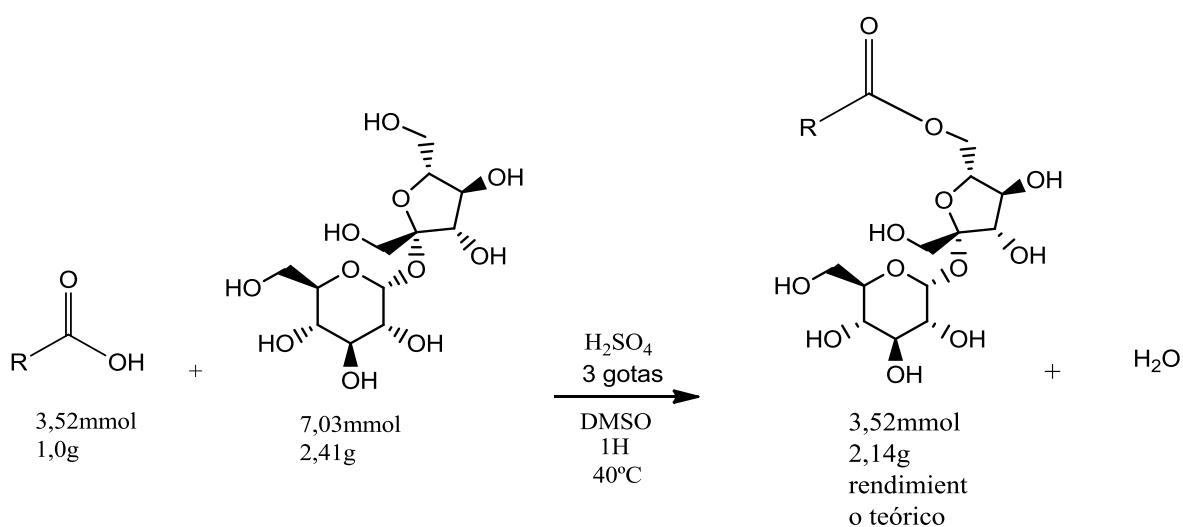




**Figura 9.** Síntesis del sacaroéster. Esta es una molécula propuesta ya que cualquier grupo hidroxilo de la sacarosa puede reaccionar con el cloruro de ácido pudiéndose producir varias sustituciones. R=  $-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_3$

#### 5.1.4. Síntesis del sacaroéster a partir de ácido esteárico (catálisis ácida)

Se hizo reaccionar ácido esteárico con un exceso de sacarosa en presencia de ácido sulfúrico 0,1M (figura 10). La reacción se realizó bajo reflujo suave en suficiente DMSO como para solubilizar la sacarosa y al igual que en todas las reacciones, el progreso de ésta se llevó a cabo por CCD utilizando cloroformo-metanol 4:1 como fase móvil. Al final de la síntesis, el ácido sulfúrico fue neutralizado mediante la adición de hidróxido de sodio. Seguidamente se realizaron los procesos de extracción, purificación y caracterización de la molécula sintetizada.



**Figura 10.** Esquema de reacción para la obtención del posible sacaroéster. Catálisis ácida. R: C17.

#### 5.1.5. Obtención del éster de sacarosa vía transesterificación del metil estearato, laurato de vinilo, palmitato de isopropilo y miristato de isopropilo (catálisis básica).

En esta ruta sintética se emplearon diferentes tipos de ésteres de ácidos grasos, se variaron algunas condiciones de reacción y se utilizaron tres catalizadores básicos con el único propósito de lograr la obtención del sucroéster. Se explicaran los procedimientos con mayor detalle, empezando por el derivado graso involucrado en la síntesis del posible sucroéster y los catalizadores utilizados.

### 5.1.5.1. Transesterificación del metil estearato utilizando carbonato de potasio.

Se realizó la reacción química entre metil estearato y sacarosa en exceso utilizando carbonato de potasio como catalizador. En un balón de 100 mL adaptado a un condensador de reflujo se solubilizó completamente la sacarosa utilizando DMSO como solvente a una temperatura inicial de 50 °C, luego fue adicionado el metil estearato aumentando gradualmente la temperatura hasta 95 °C en baño de aceite. Por último se adicionó carbonato de potasio (0,1 mmol respecto al metil estearato) y bajo presión reducida (0,1bar) se empezó a contabilizar el tiempo de reacción. Después de 22 horas la reacción se detuvo, se dejó enfriar hasta temperatura ambiente y se realizó el proceso de extracción. Posteriormente se evaporó el 1-butanol de la mezcla y se purificó el compuesto obtenido por cromatografía en columna usando cloroformo-metanol (4:1) como fase móvil. Por último se evaporó la mezcla de solventes y se caracterizó el compuesto sintetizado.

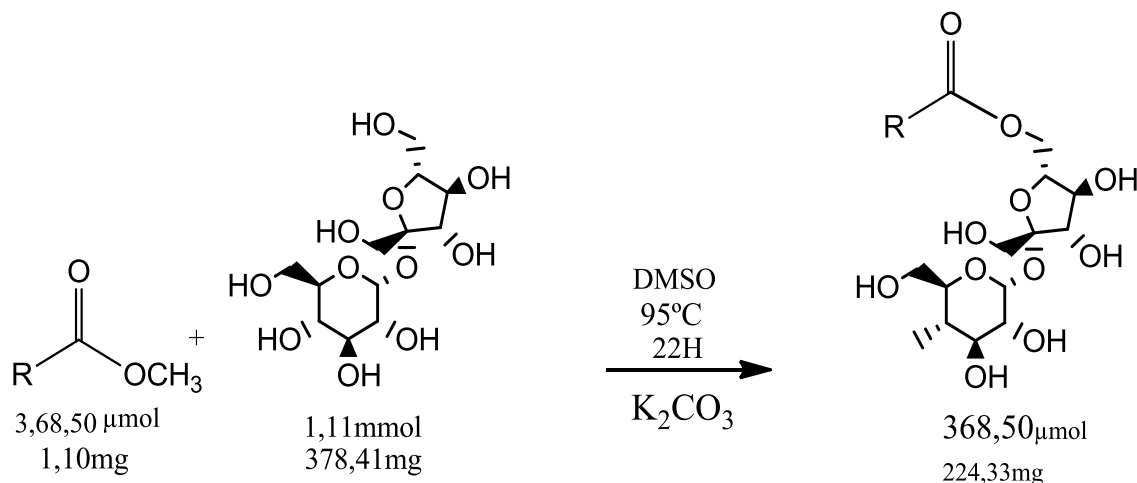


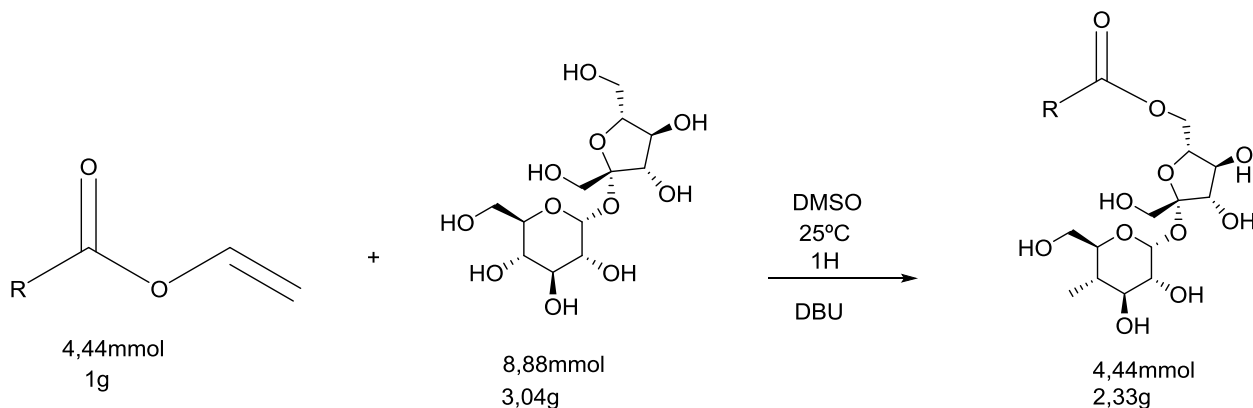
Figura 11. Transesterificación catalizada por K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. R: C<sub>17</sub>.

### 5.1.5.2. Transesterificación del laurato de vinilo utilizando DBU, carbonato de potasio y fosfato de hidrogeno disódico.

En las tres síntesis, realizadas en balones de 100 mL adaptados a condensadores de reflujo, se adicionó un exceso de sacarosa que reaccionó con el laurato en DMSO como solvente. El orden de adición de los componentes fue igual que en la transesterificación del metil estearato, y en cada reacción se mantuvo el mismo parámetro de presión.

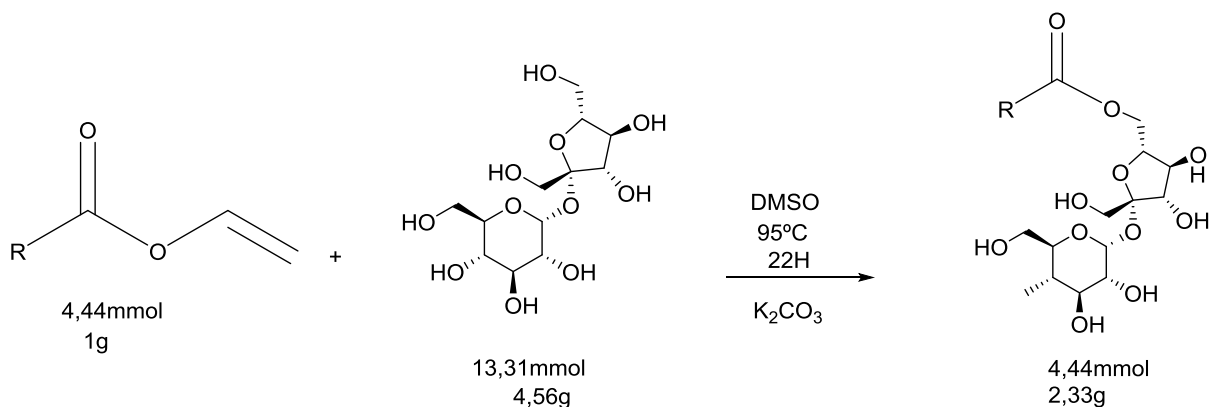
Para coincidir con el orden de consecución de cada reacción, primero se utilizó DBU como catalizador. En este punto se corrieron dos reacciones en condiciones

diferentes de temperatura, 25 °C y 50 °C respectivamente. En los dos casos se empleó el DBU en 1,5 equivalentes respecto a un equivalente de sacarosa. Después de una hora, cuando ya se había consumido todo el laurato, las reacciones se detuvieron y se realizaron las respectivas extracciones. Se evaporó el 1-butanol y se purificó en columna utilizando cloroformo-metanol como fase móvil en proporción 4:1, posteriormente se caracterizó mediante las técnicas instrumentales previamente mencionadas en aspectos generales. A continuación se presenta el esquema de reacción entre la sacarosa y el laurato de vinilo a 25 °C.



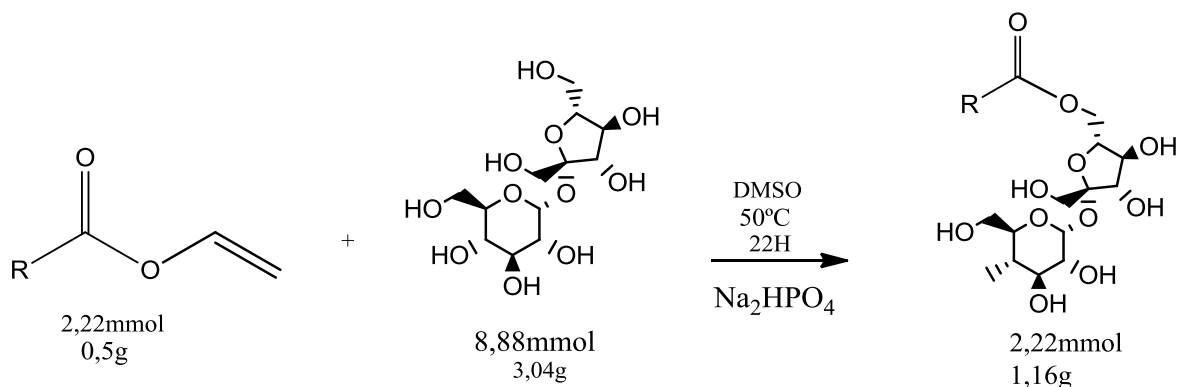
**Figura 12.** Reacción entre el laurato de vinilo y la sacarosa utilizando DBU como catalizador. R: C<sub>12</sub>.

La reacción del laurato y la sacarosa en presencia de carbonato de potasio como catalizador en relación 0,1 mmol respecto al laurato (figura 13), se realizó a 95 °C de temperatura en baño de aceite. Después de 22 horas, cuando se había consumido todo el laurato, la reacción se detuvo y se realizaron las respectivas extracciones y purificaciones en columna utilizando ácido acético-metanol 9:1 como fase móvil. Por último se realizó la elucidación de los compuestos obtenidos.



**Figura 13.** Reacción entre el laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de  $K_2CO_3$ . R:  $C_{11}$ .

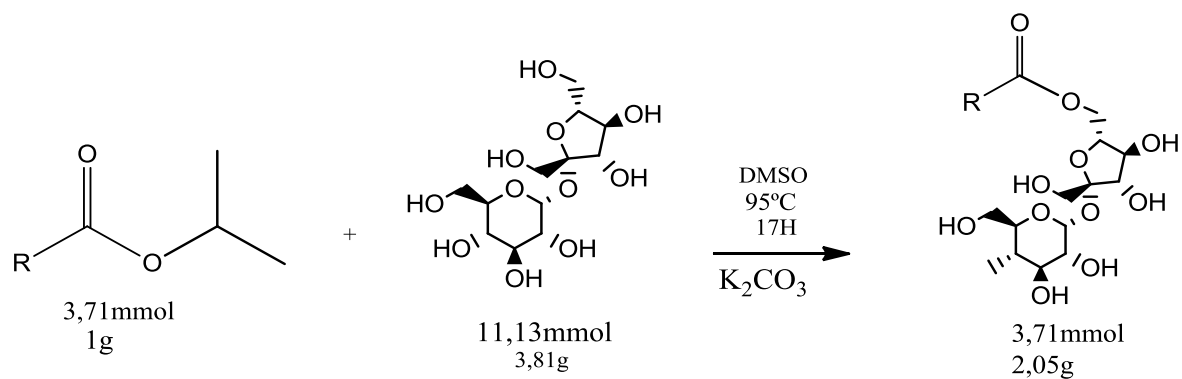
La última reacción en la se utilizó laurato como partida para la posible obtención de sucroéster, se realizó en presencia de fosfato de hidrogeno disódico como catalizador (1,4 mol en relación con una mol de sacarosa). Esta reacción se llevó a cabo a 50 °C por 22 horas. Después de este tiempo se procedió con el mismo tratamiento realizado para las reacciones anteriores.



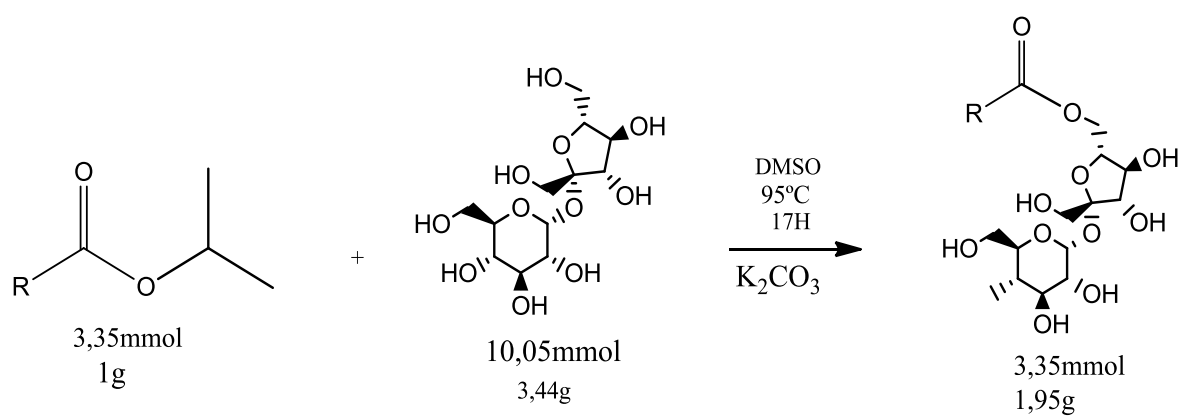
**Figura 14.** Reacción entre el laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de  $Na_2HPO_4$ . R:  $C_{12}$ .

### 5.1.5.3. Transesterificación del palmitato y miristato de isopropilo en presencia de $K_2CO_4$

Para la transesterificación del palmitato y miristato de isopropilo, (figuras 15 y 16) se siguieron las mismas condiciones de reacción. En ambos casos se utilizó un exceso de sacarosa solubilizada en suficiente DMSO en un balón de 100 mL adaptado a un condensador de reflujo. La temperatura fue de 95 °C en las dos reacciones, la condición de presión fue de 0.1 bar, la proporción carbonato-derivado de ácido fue la misma en cada caso, (0,1 mmol: 1 mmol) respectivamente. Después de 17 horas, cuando ya se habían consumido los ésteres de partida, se detuvieron las reacciones y se siguió el mismo tratamiento de extracción utilizado en las reacciones anteriores. La purificación de cada compuesto se realizó por cromatografía en columna, empleando cloroformo-metanol 4:1 como fase móvil. Por último se caracterizaron los productos obtenidos.



**Figura 15.** Reacción entre el miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ . R:  $\text{C}_{14}$ .



**Figura 16.** Reacción entre el palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ . R:  $\text{C}_{16}$ .

## 6. RESULTADOS y DISCUSIÓN

En esta sección se presentan y se discuten todos los resultados obtenidos mediante la metodología planteada. Se realizarán comparaciones entre espectros IR y RMN encontrados en bases de datos de los reactivos de partida, y los análisis espectrales obtenidos de los productos sintetizados.

### 6.1. Producto obtenido mediante la reacción química entre el cloruro de estearoilo y la sacarosa.

A continuación se presenta las cantidades de los reactivos de partida y las condiciones experimentales de reacción.

**Tabla 1. Condiciones experimentales para la formación del sucroester.**

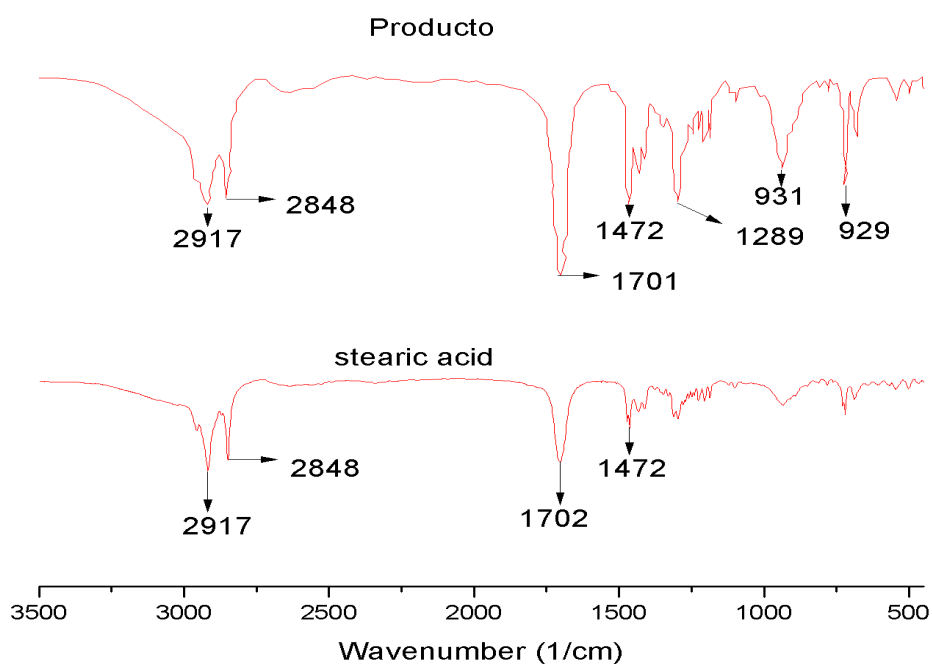
FORMULA	C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> ClO	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub>	C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> N
Peso molecular	302,92g/mol	342,30g/mol	79,10g/mol
Equivalentes	1,00	1,00	1,00 <sup>a</sup>
Moles reactantes	3,50 mmol	3,50 mmol	3,50 mmol
Masa reactante	1,06g	1,20g	—
Volumen	—	—	0,3 mL

<sup>a</sup>. Cantidad de piridina respecto a los equivalentes del cloruro de estearoilo.

Tal como se puede observar en la tabla 1, se hizo reaccionar el intermediario obtenido en procedimientos anteriores, en una relación 1:1 con la sacarosa. Esto con el objetivo de facilitar el seguimiento de la reacción mediante la desaparición de la sacarosa, ya que no se tenía referencia por CCD del intermediario formado debido a que éste era muy inestable. Además de lo anterior, se puede encontrar en la literatura que relaciones 1:1 entre los compuestos mencionados, arrojan buenos resultados con lo que respecta al rendimiento y la regioselectividad de los productos obtenidos (Wang et al., 2007). Por otro lado es relevante afirmar que la cantidad de piridina utilizada, fue la necesaria para remover el HCl formado en esta reacción, y fue un requisito importante para la posible obtención del compuesto de interés. Sin embargo se pudo haber cambiado la cantidad de moles de la base respecto a las del cloruro de estearoilo, sin afectar el rendimiento o selectividad en el compuesto sintetizado (Wang et al., 2007). Por último y como se

mencionaba en párrafos anteriores, la reacción se llevó a cabo a temperatura ambiente con el fin de evitar la formación de mezclas complejas de productos tales como sucroésteres con diversos grados de sustitución difíciles de aislar.

Una vez llevada a cabo la reacción del cloruro de estearoilo y la sacarosa mediante las condiciones experimentales expuestas, y después de procesos de extracción y purificación ya mencionados, se obtuvo un sólido de color blanco e inodoro que fue posteriormente analizado mediante espectroscopía infrarroja y resonancia magnética nuclear RMN  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$ .

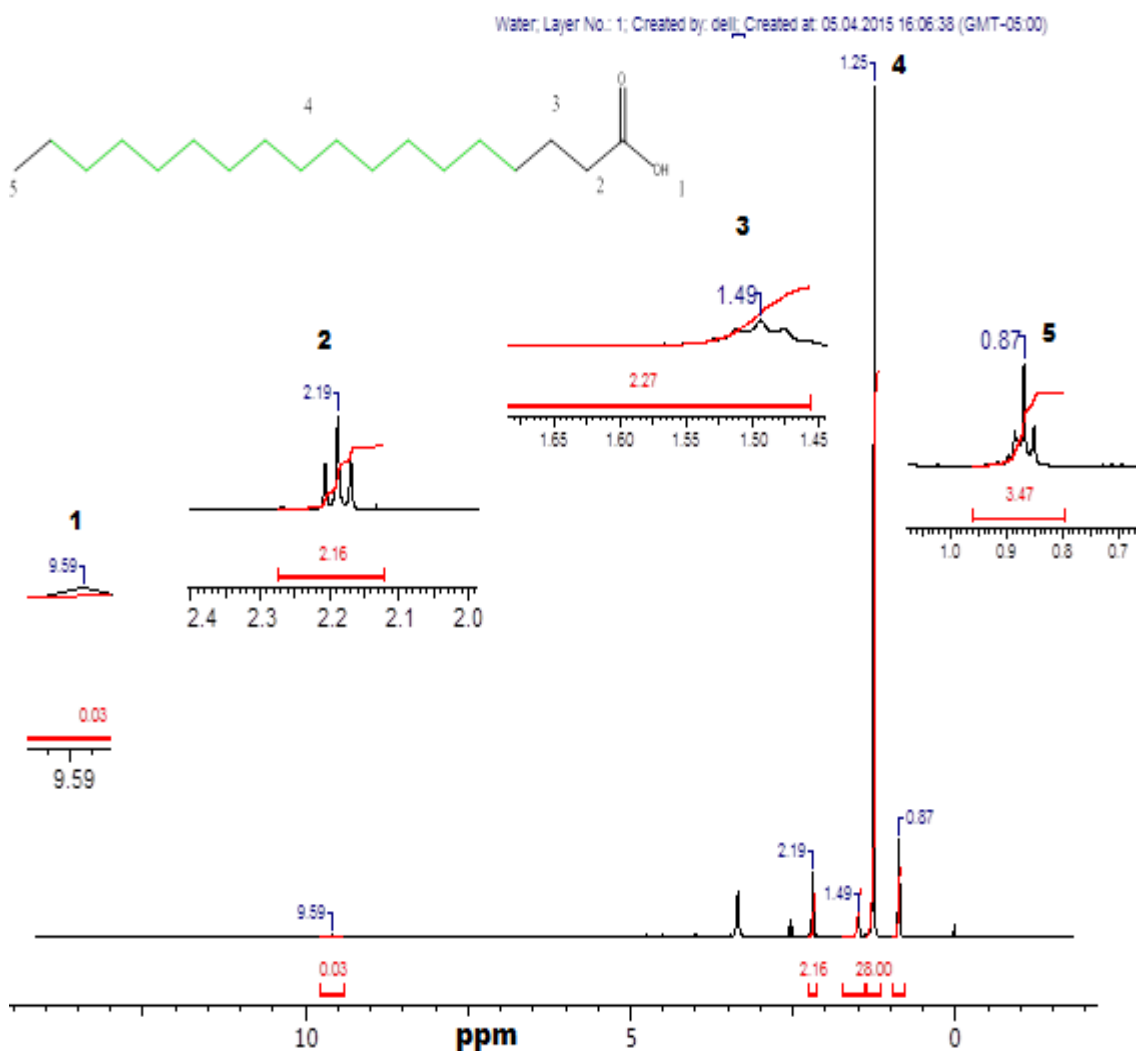


**Figura 17.** Espectro IR del producto obtenido (superior) y ácido esteárico (inferior)

En la figura 17 se muestran los espectros IR del ácido esteárico y el producto obtenido a partir de la reacción entre el cloruro de estearoilo y la sacarosa respectivamente. Se puede observar claramente en ambos espectros, bandas que aparecen alrededor de 2917- 28548  $\text{cm}^{-1}$ . Bandas que pertenecen a grupos metilo y metilenos respectivamente, grupos funcionales cuyos enlaces absorben radiación infrarroja y vibran con este tipo de frecuencia. Por otro lado se evidencian vibraciones a 1701 y 1702  $\text{cm}^{-1}$  para el producto y el ácido esteárico respectivamente, correspondientes a grupos carbonilos. Aunque se observa la ausencia de una banda cerca de 3400  $\text{cm}^{-1}$  distintiva de los grupos hidroxilo de la sacarosa, y por ende la no formación del sucroéster, es necesario realizar la identificación correspondiente al compuesto obtenido mediante espectroscopía de resonancia magnética nuclear RMN  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$ .

En la figura 18 se presenta el estudio de RMN  $^1\text{H}$  realizado al compuesto sintetizado, en este esquema se puede observar un grupo de cinco señales

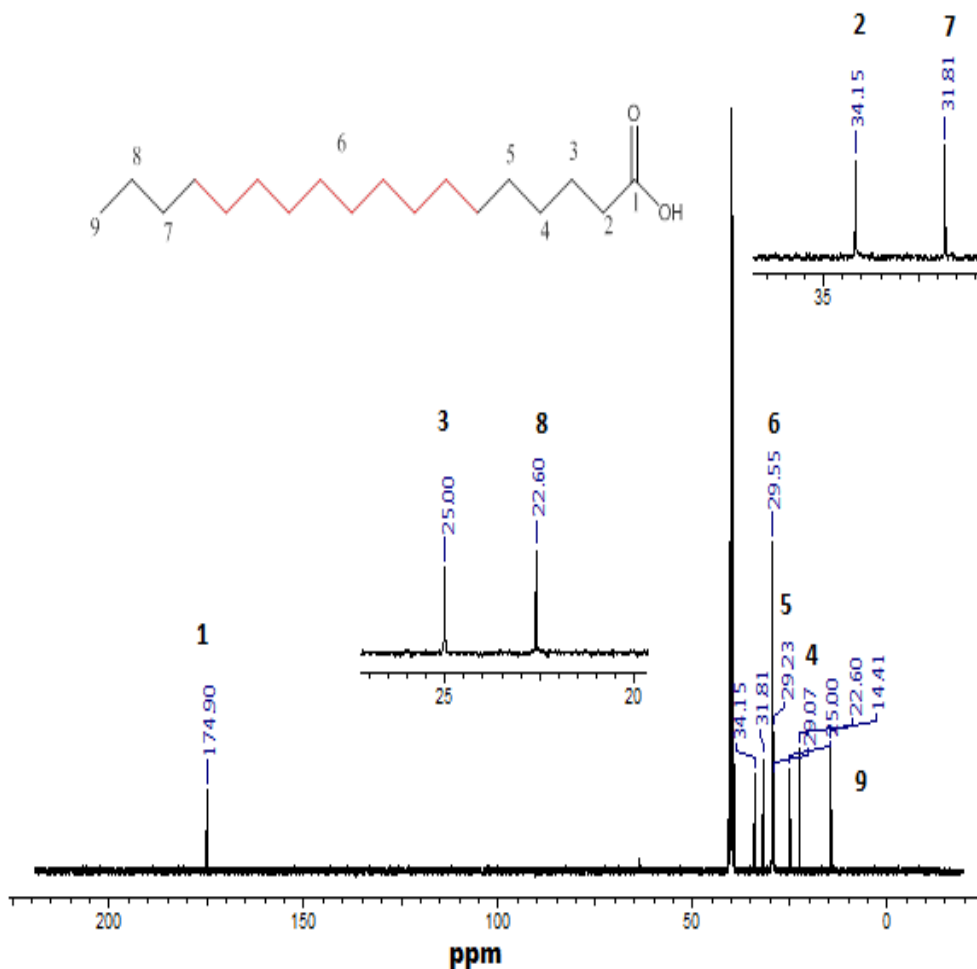
pertenecientes a los átomos de hidrogeno del ácido esteárico. En la señal 1 se observa un singulete a 9.59 ppm correspondiente al protón del grupo hidroxilo cercano al carbono carbonilo. Por otra parte, a 2.19 ppm se encuentra la señal número 2 (triplete) integrando para dos protones correspondientes al grupo metileno contiguo al grupo carbonilo. Posteriormente se visualiza un multiplete a 1.49 ppm (señal 3) que integra para dos protones perteneciente al subsiguiente grupo metileno de la molécula. En la señal 4 a 1.25 ppm se encuentra un singulete que integra para 28 protones que conforman los carbonos metilénicos del 3 al 17, y por último se puede observar un triplete a 0.87 ppm correspondiente a la señal emitida por los protones del grupo metilo del compuesto.



**Figura 18.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300 MHz del compuesto obtenido en DMSO-d mediante la reacción química del cloruro de estearilo y la sacarosa.



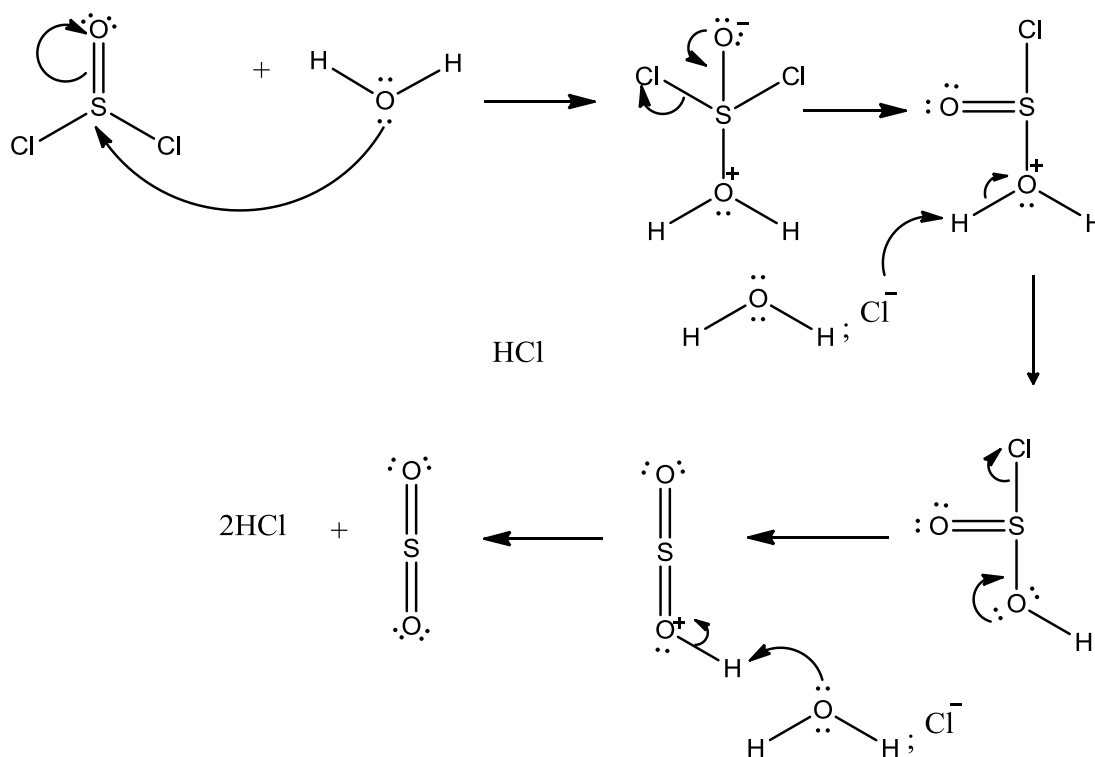
De forma complementaria se caracterizó el compuesto sintetizado por RMN  $^{13}\text{C}$  (figura 19). Se pueden observar nueve señales correspondientes a los carbonos que conforman la estructura del ácido esteárico, dentro de lo más relevante se destaca la señal del carbono del grupo carbonilo a 174.90 ppm, las señales restantes pertenecen a los carbonos de la cadena alquílica y se asignaron de acuerdo al ambiente químico de cada carbono y a la información encontrada en bases de datos reconocidas (T.Yamaji, 1999).



**Figura 19.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del compuesto obtenido en DMSO-d

De acuerdo con las anteriores técnicas de elucidación empleadas, se afirma que por medio de esta metodología no se pudo lograr la síntesis del sucroéster. Se puede observar claramente que el compuesto elucidado fue el ácido esteárico, el cual fue empleado como material de partida para la síntesis del intermediario y su posterior reacción con la sacarosa. Una explicación coherente a este suceso consiste en que el cloruro de tionilo utilizado en la funcionalización del ácido graso, durante su almacenamiento o en el proceso de reacción pudo haber reaccionado con el agua del ambiente produciéndose ácido clorhídrico y dióxido de azufre.

Compuestos que posteriormente se evaporarían sin causar efecto positivo alguno en la formación del sucroéster o en la síntesis de un compuesto alterno que presentara diferentes bandas y señales a las encontradas mediante IR y RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  respectivamente. En la figura 20 se observa un posible mecanismo de reacción del cloruro de tionilo con el agua.



**Figura 20.** Mecanismo de reacción entre el cloruro de tionilo y agua.

## 6.2. Compuesto sintetizado a partir de la reacción química entre el ácido esteárico y la sacarosa. (Catálisis ácida)

Las cantidades de los materiales de partida y las condiciones experimentales para la síntesis del compuesto de interés se presentan a continuación.

**Tabla 2. Cantidades de reactivos y condiciones experimentales utilizadas en la obtención del sucroéster.**

FORMULA	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	$\text{H}_2\text{SO}_4^{\text{A}}$
Peso molecular	284,48g/mol	342,30g/mol	98,079g/mol
Equivalentes	1,00	2,00	—

Moles reactantes	3,52 mmol	7,03 mmol	—
Masa reactante	1,00g	2,41g	—
Volumen	—	—	0,2 mL

<sup>A</sup> Se utilizó ácido sulfúrico a 0,1M. La reacción se llevó a cabo a 40 °C.

De acuerdo a la tabla 2, en esta reacción se utilizó el ácido graso como reactivo límite y un exceso de sacarosa con el fin de que hubiera suficiente cantidad del azúcar para que las cadenas alquílicas logaran distribuirse de manera homogénea, y promover en mayor porcentaje la síntesis de compuestos monosustituídos. Se usó una cantidad mínima de catalizador ácido con el propósito de evitar en menor grado la hidrólisis de la sacarosa y con ello la generación de sus monómeros correspondientes polisustituídos. Sin embargo, de acuerdo a lo reportado en artículos científicos, se esperaba que esta metodología arrojara en cierto porcentaje estearatos de fructosa (QUENEAU et al., 2008). Es importante mencionar que después de terminada la reacción, ésta se neutralizó mediante la adición de NaOH. Después de separar las trazas de azúcar y el ácido esteárico que no reaccionaron del compuesto mediante técnicas convencionales de purificación mencionadas en párrafos anteriores, se obtuvo un sólido blanco, amorfo e inodoro que posteriormente fue elucidado mediante IR y RMN <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C.

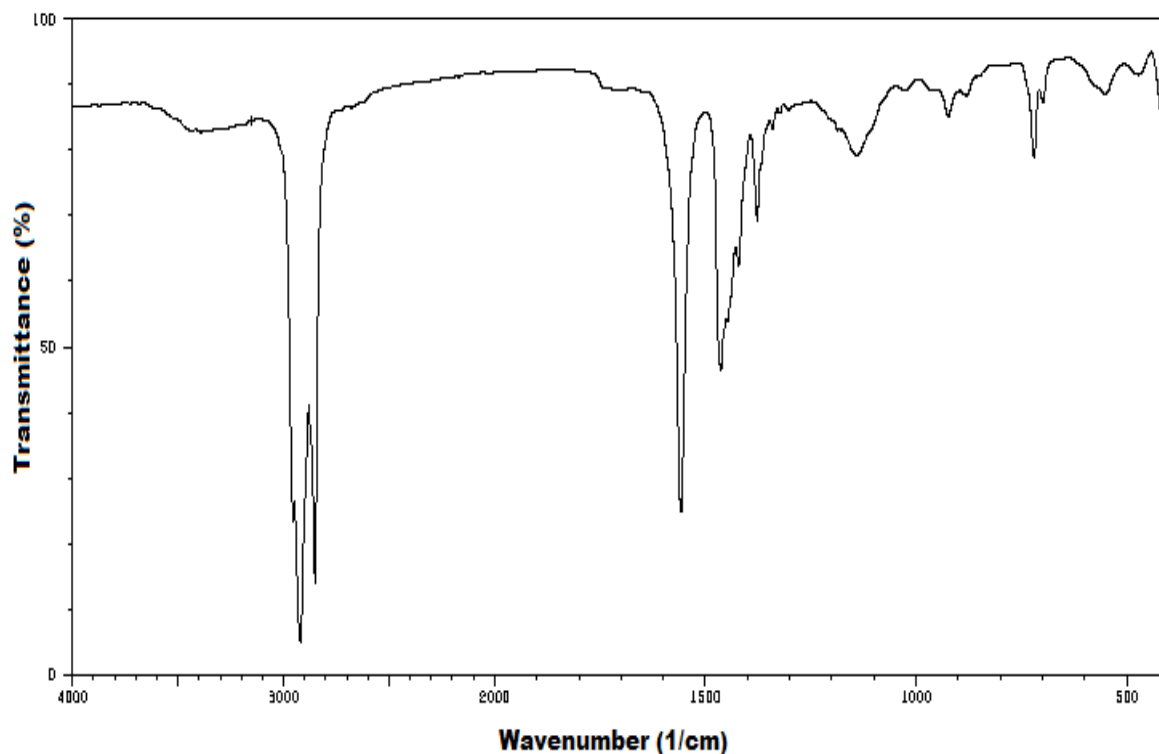
En la tabla 3 se puede encontrar de forma comparativa las señales de bandas correspondientes a los grupos más representativos de compuestos tales como estearato de sodio, ácido esteárico y el producto sintetizado. Además del espectro IR del compuesto obtenido mediante esta técnica, también se toma en consideración los espectros IR de las figuras 17 y 21 debido a que en la reacción química se pudo haber obtenido este tipo de compuestos.

**Tabla 3. Números de onda representativos en las figuras 17, 22 y 23.**

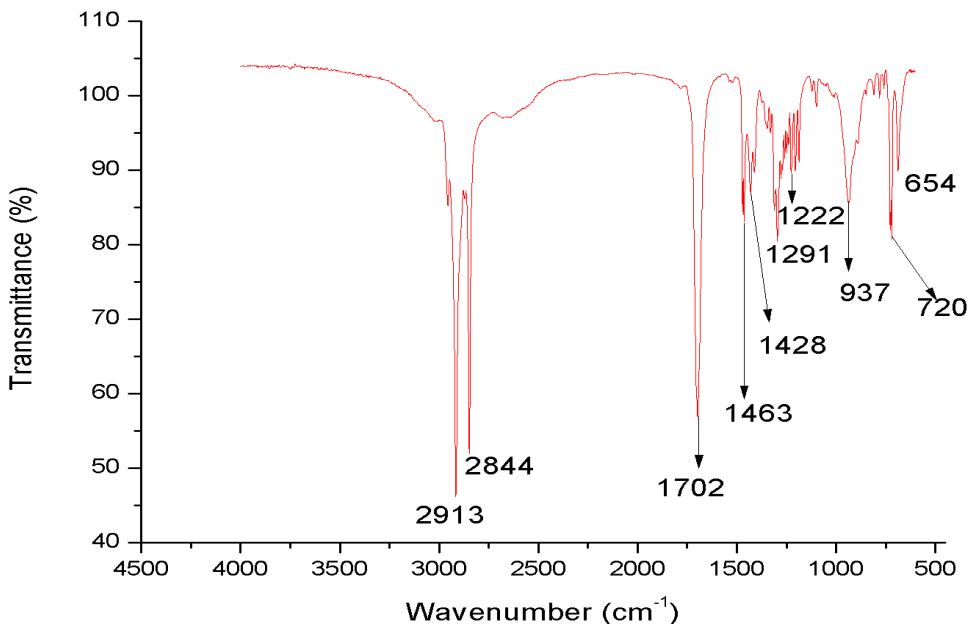
Figura	Número de onda ( cm <sup>-1</sup> )	Grupo
17 (ácido esteárico)	2917	Metilo
	2848	Metileno
	1702	carbonilo
21	2920	Metilo
	2851	Metileno
	1557	carbonilo

22	2913	Metilo
	2844	Metileno
	1702	carbonilo

En los tres casos se pueden observar bandas correspondientes a enlaces que absorben radiación infrarroja a frecuencias similares, sin embargo en el carbonilo del estearato de sodio (figura 21), se observa un valor de número de onda más distante en comparación a los presentados en los carbonilos del ácido esteárico (figura 17) y el compuesto obtenido (figura 22), en los cuales se observan bandas muy similares. Hecho que conlleva a presumir que no se formó el sucroester y de igual forma descarta la posible síntesis de un jabón como producto colateral. Sin embargo vale la pena resaltar que en el seguimiento de la reacción por medio de CCD, utilizando acetato de etilo-metanol (9:1) como fase móvil, se observó la formación de un producto coloreado al ser revelado con p-anisaldehido, a pesar de ello el compuesto que se obtuvo una vez realizada la purificación del crudo difería en su R<sub>f</sub> respecto al compuesto medido durante la reacción. Teniendo en cuenta lo anterior y que el ácido esteárico no puede ser observado mediante el revelador previamente mencionado, fue necesario realizar la caracterización del compuesto sintetizado mediante RMN <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C.

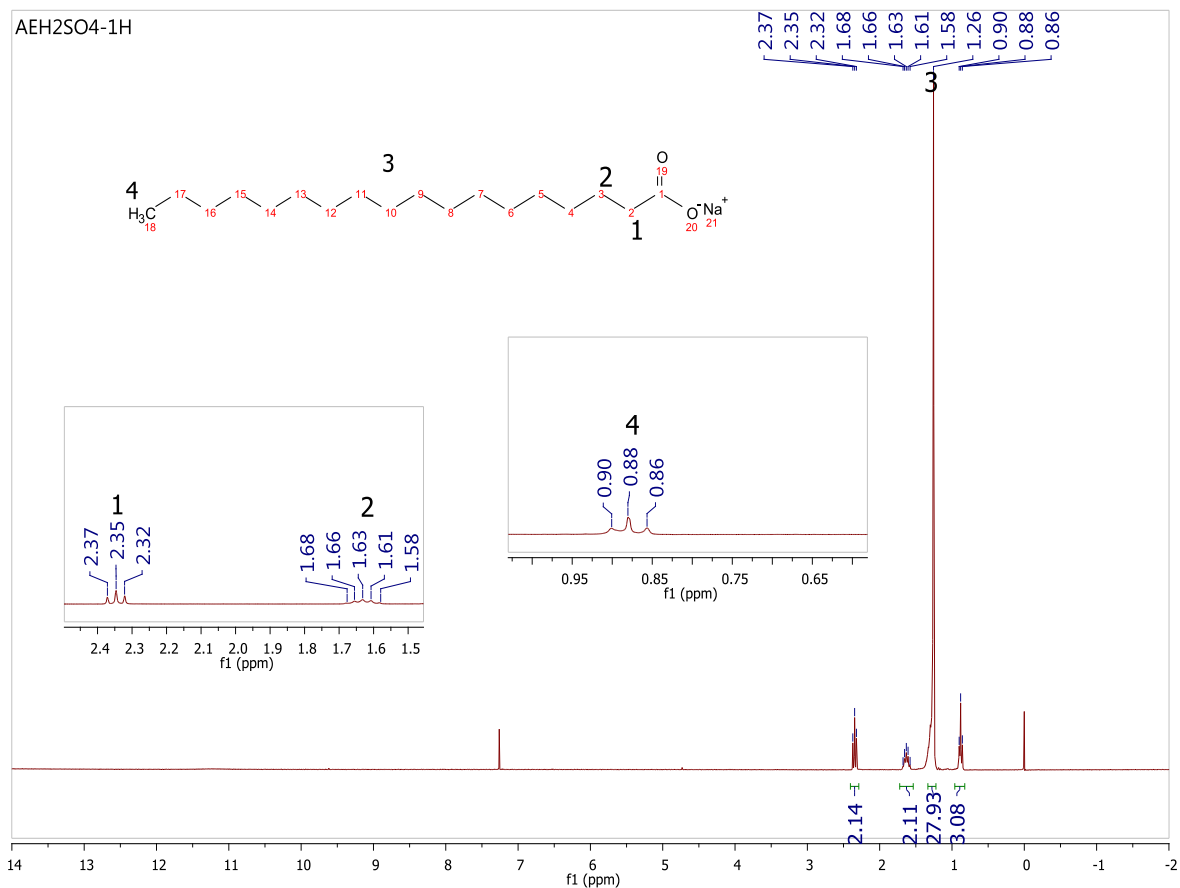


**Figura 21.** Espectro IR del estearato de sodio (S.Kinugasa et al., 2013-05-14a).



**Figura 22.** Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción entre el ácido esteárico y la sacarosa.

En la figura 23 se ilustra el espectro RMN <sup>1</sup>H del producto obtenido a partir de la reacción química entre el ácido esteárico y la sacarosa. En éste se observan 4 señales pertenecientes a cuatro tipos de protones, la primera señal cerca de 2.35 ppm correspondiente a un triplete e integrando para dos protones, corresponde al grupo metileno contiguo al carbono del grupo carbonilo. En la segunda señal alrededor de 1.63 ppm se presenta un multiplete que integra para dos protones y es la del metileno del carbono tres en la molécula. Posteriormente a 1.26 ppm se encuentra un singulete integrando para 28 protones pertenecientes a los demás grupos CH<sub>2</sub>, y por último aproximadamente a 0.88 ppm se observa un triplete que integra para tres protones de un grupo metilo. La ausencia de la señal entre 9 y 12 ppm correspondiente a la del protón del grupo carboxilo pone de manifiesto que el compuesto elucidado no es el ácido esteárico. Por tanto y con base a las señales explicadas se concluye que el compuesto obtenido es el estearato de sodio. Para complementar este análisis se realizó la caracterización del jabón por RMN <sup>13</sup>C

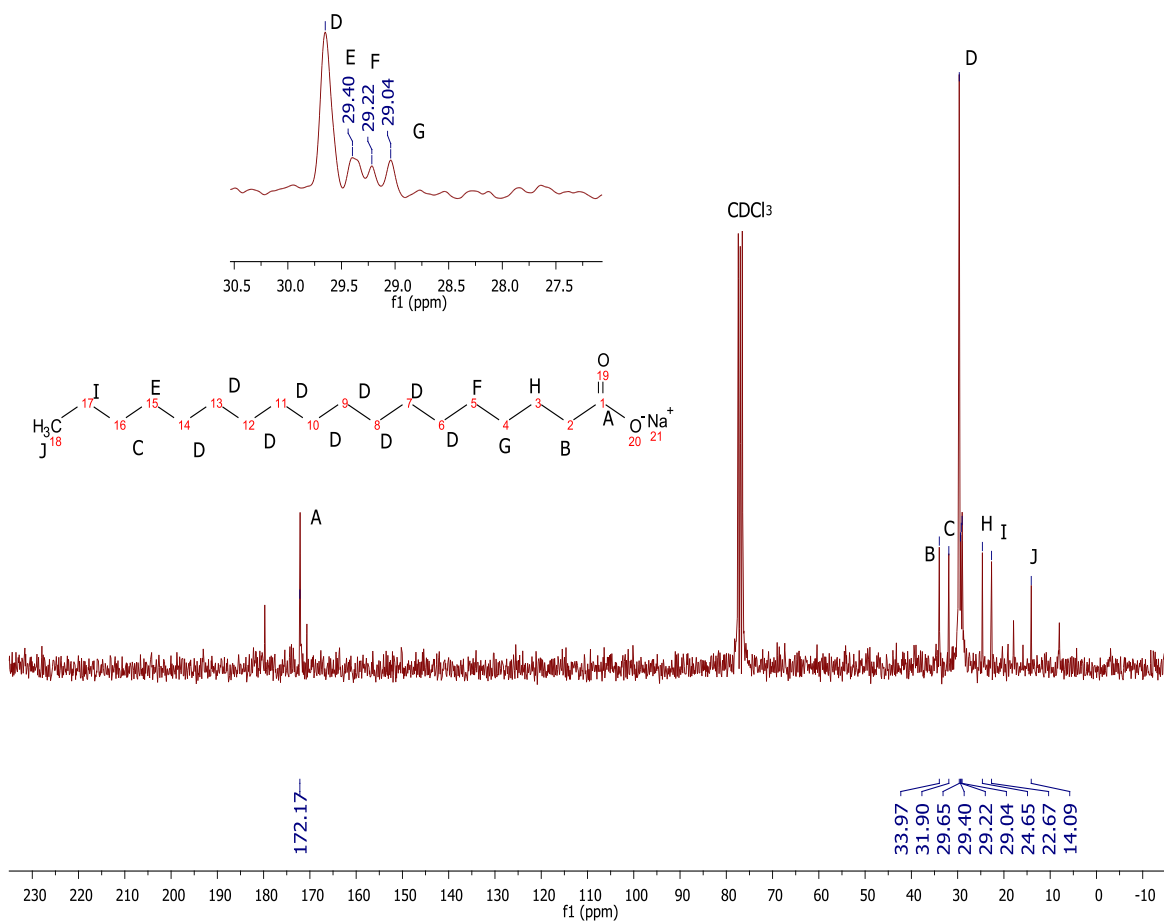


**Figura 23.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300 MHz del compuesto obtenido en  $\text{CDCl}_3$  mediante la reacción química del ácido esteárico y la sacarosa.

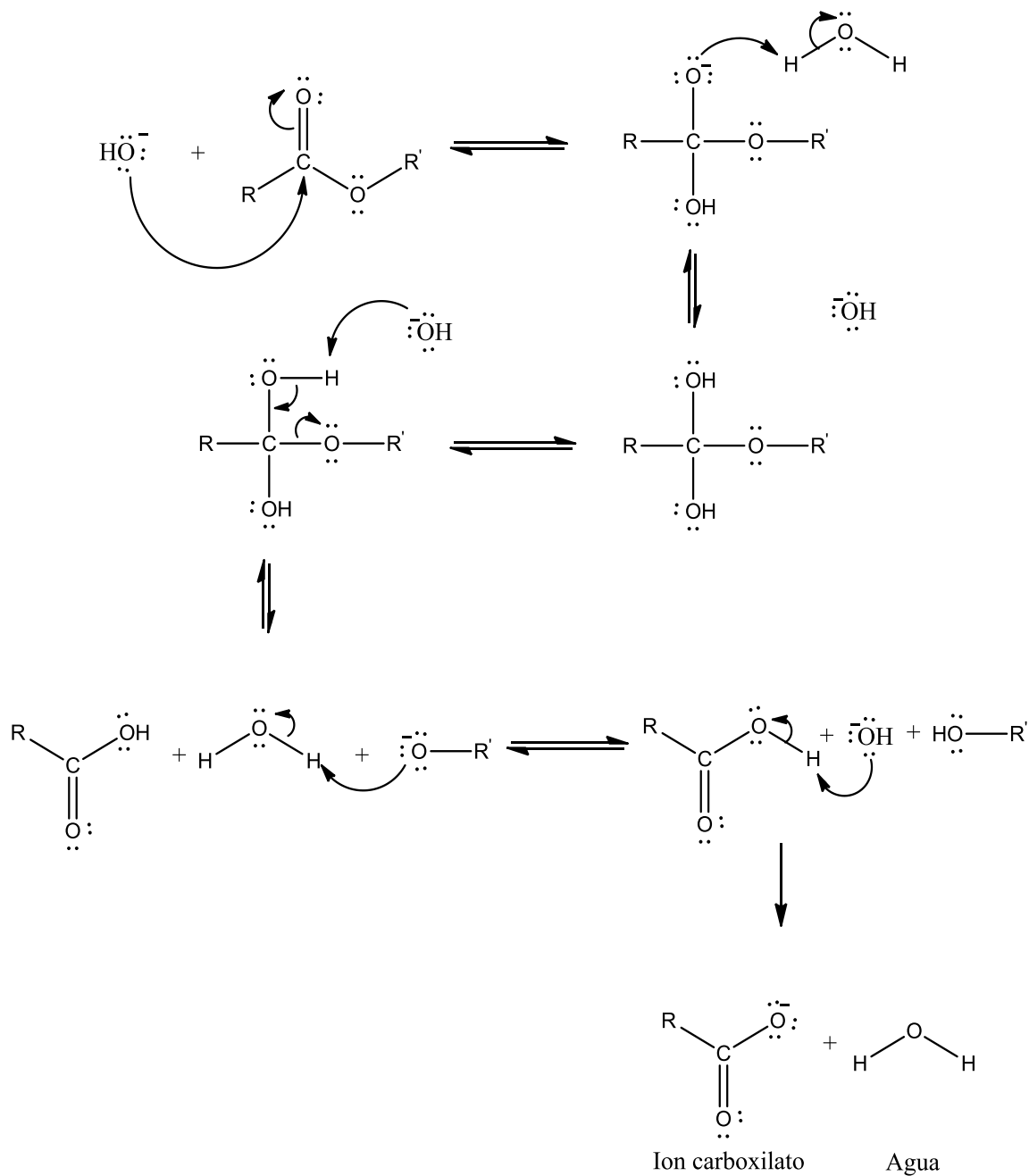
En la figura 24 se ilustra el espectro RMN  $^{13}\text{C}$  del estearato de sodio en cual se pueden observar 10 señales correspondientes a distintos tipos de átomos de carbono que componen la estructura del estearato de sodio. Al igual que en la figura 20 correspondiente al espectro RMN  $^{13}\text{C}$  del ácido esteárico, la señal más distintiva corresponde al átomo de carbono del grupo carbonilo que aparece alrededor de 172.17 ppm. Las demás señales se asignaron de acuerdo con el ambiente químico de cada átomo de carbono.

La obtención del jabón como producto alterno pudo haber ocurrido en el proceso de neutralización cuando fue adicionado el  $\text{NaOH}$ . Es posible que se haya formado el sucroéster en un principio, sin embargo con la adición del hidróxido de sodio es muy probable que el éster se hubiera hidrolizado produciéndose el ion carboxilato y agua. Este mecanismo de saponificación se puede observar en la figura 26.

AEH2SO4-13C



**Figura 24.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del compuesto obtenido en  $\text{CDCl}_3$  mediante la reacción química del ácido esteárico y la sacarosa.



**Figura 25.** Mecanismo de reacción para la formación del jabón (Carey, 2006a).

A continuación se presentaran los resultados y discusiones con mayor relevancia acerca de los productos obtenidos de las reacciones donde se emplearon catalizadores básicos tales como DBU, carbonato de potasio y fosfato de hidrogeno disódico.



### 6.3. Compuesto obtenido a partir de la reacción de metil estearato y sacarosa en presencia de carbonato de potasio.

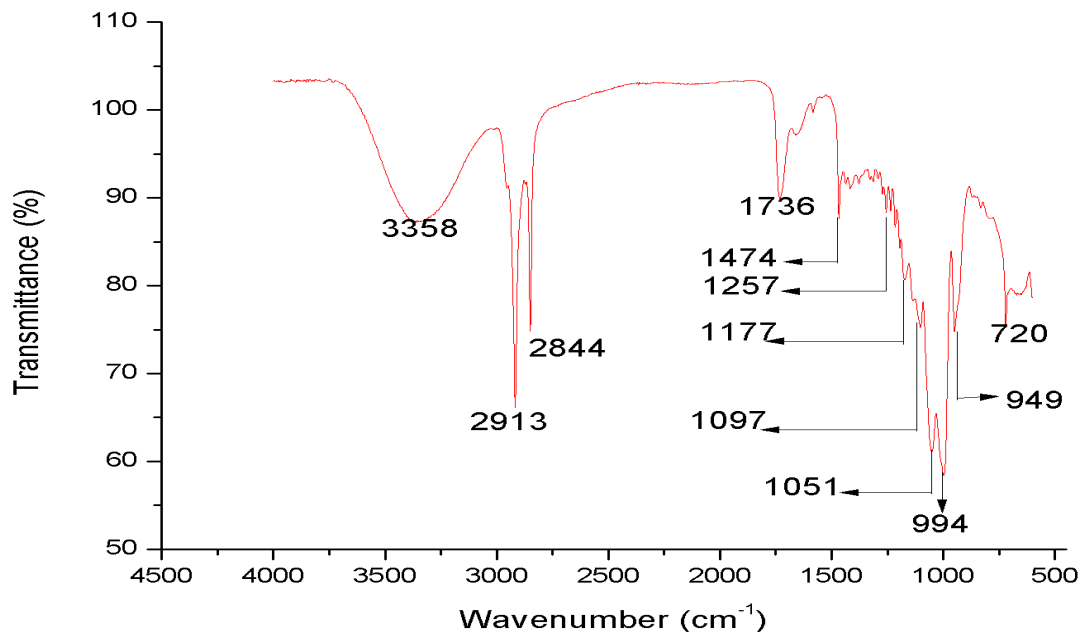
Tabla 4. Cantidades de reactivos y condiciones experimentales utilizadas en la obtención del compuesto.

FORMULA	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub>	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Peso molecular	298,50g/mol	342,30g/mol	138,205g/mol
Equivalentes	1,00	3,00	0,1 <sup>a</sup>
Moles reactantes	368,50μmol	1,11 mmol	36.85μmol
Masa reactante	110mg	378,41mg	0,005g

<sup>a</sup>. Equivalentes de carbonato de potasio respecto al metil estearato.

Tal como se mencionó anteriormente en la metodología, esta reacción se llevó a cabo a 95 °C en baño de aceite y con parámetros de presión controlada. La cantidad de carbonato empleada fue la necesaria para actuar como catalizador en la reacción química y la mínima para evitar la formación de jabón (OSIPOW et al., 1956). Después de terminada la reacción se realizaron los respectivos procedimientos de extracción y purificación, con ello se obtuvo al igual que en las reacciones anteriores un sólido blanco e inodoro con un Rf de 0.11 en acetato de etilo-metanol (9:1) como fase móvil.

En la figura 26 se observa el espectro del producto generado de la reacción química entre la sacarosa y el metil estearato. Se pueden observar bandas características de grupos metilo y metileno del derivado de ácido graso a 2913 y 2844 cm<sup>-1</sup> respectivamente, además se evidencia la presencia de un carbonilo a 1736 cm<sup>-1</sup>. Por otro lado se puede ver una banda característica de un hidroxilo de un alcohol a 3358 cm<sup>-1</sup>. Las bandas de absorción presentadas en el espectro de la figura 27, dejan suponer la posible síntesis del sucroester ya que se pueden evidenciar las bandas específicas de grupos de los compuestos reaccionantes. Este hecho se tuvo que evaluar mediante RMN <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C.

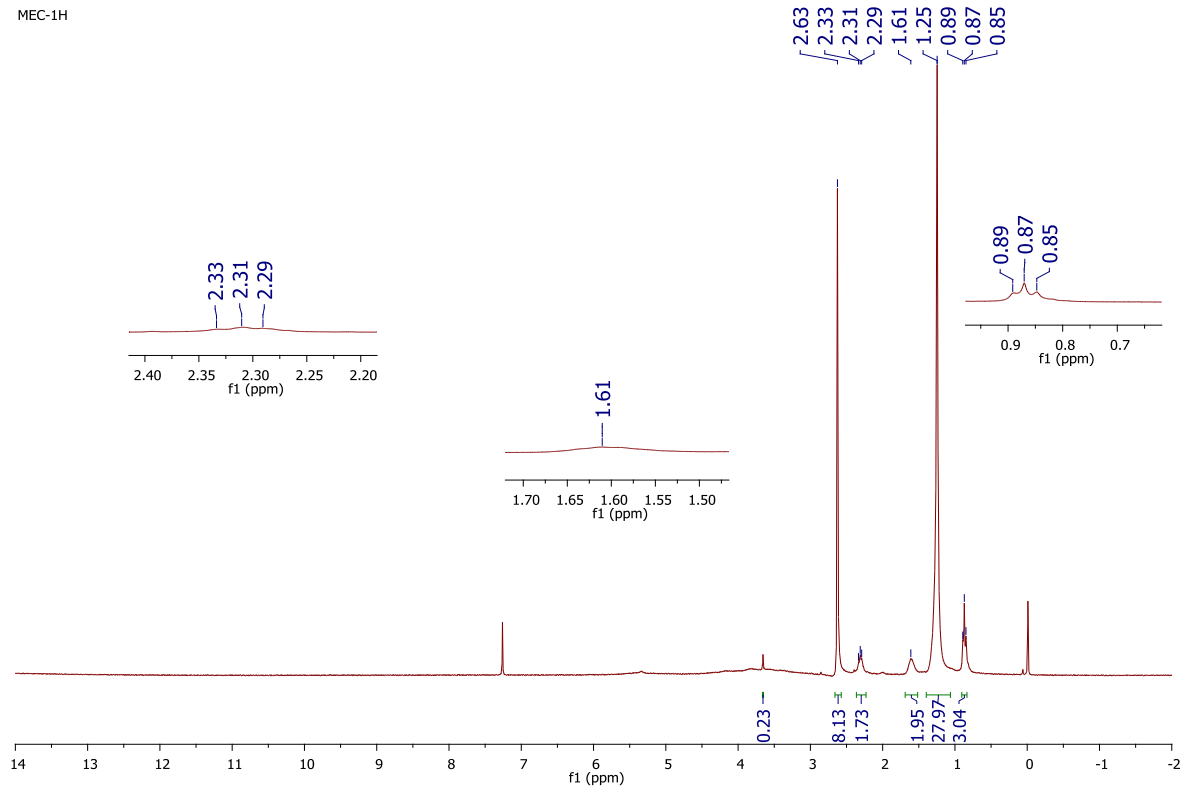


**Figura 26.** Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción entre el metil estearato y la sacarosa.

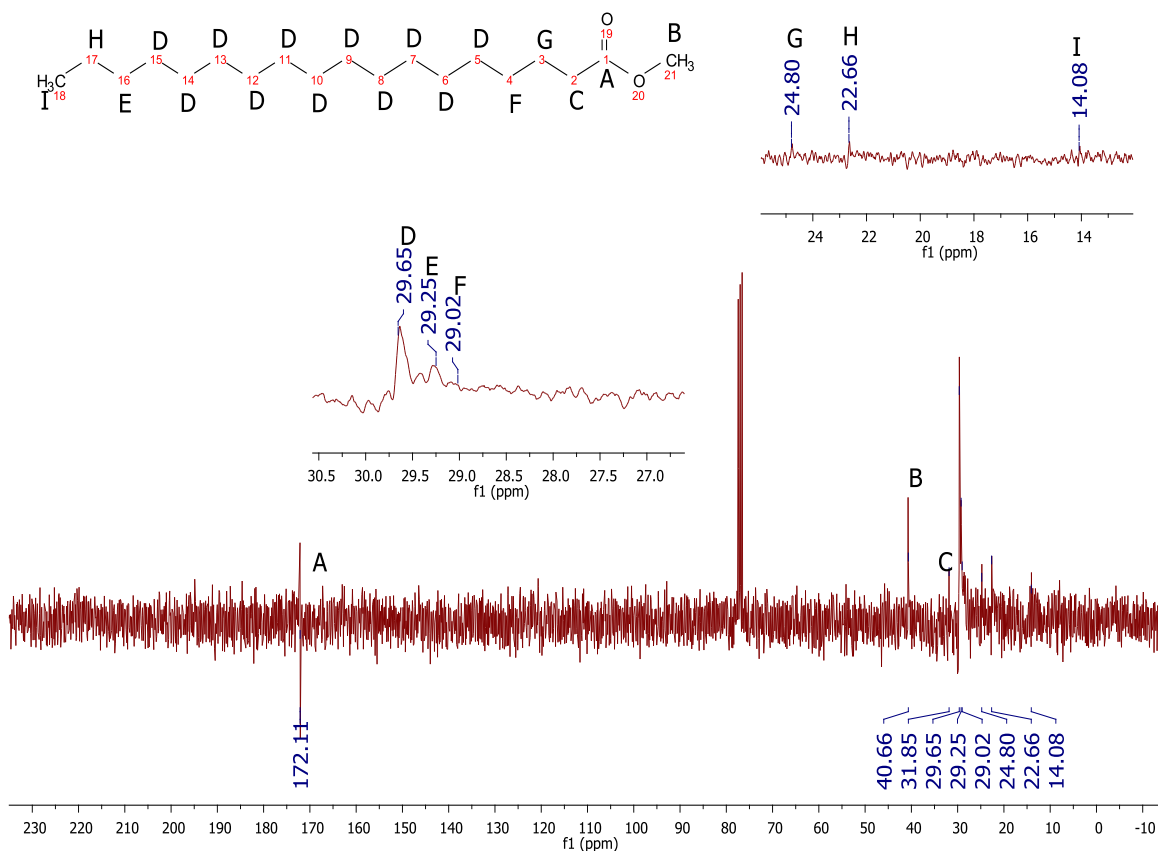
En la figura 27 no se evidencia la formación del sucroéster, las señales características del azúcar en la región comprendida entre 3 y 5 ppm están ausentes. En vez de ello se observan señales correspondientes a protones específicos del derivado graso. Se pueden observar señales a 2.31, 1.61 y 1.25 ppm que pertenecen a protones de grupos metilénicos cuyo desplazamiento hacia campo bajo está determinado, en este caso, por su cercanía hacia el carbono carbonílico. Por otra parte se puede ver una señal característica a 0,87 ppm que corresponde a tres protones del grupo metilo ubicado al final de la cadena alquílica. Sin embargo la señal alrededor de 3.5 y 4 ppm que se presume sea la de los tres protones del carbono unido al átomo de oxígeno, no es muy clara ya que al realizar la integración no integra siquiera para un protón, cuando debería integrar para tres. Además de lo anterior se puede ver una señal a 2.63 ppm que integra para 8 protones, la cual podría ser resultado de una impureza, que no se pudo identificar, presente en el producto obtenido.

En el espectro RMN  $^{13}\text{C}$  de la figura 28 se puede afirmar con mayor certeza que el producto elucidado es el metil estearato el cual fue uno de los reactivos de partida. A pesar del ruido producido por el equipo, se observan con claridad las señales pertenecientes al carbono metílico a 40.66 ppm (señal B) unido al oxígeno y la señal de carbono cuaternario (señal A) a 172.11 ppm. De lo anterior se puede afirmar que mediante esta metodología no se pudo sintetizar el sucroéster, y que el producto observado mediante CCD era el metil estearato contaminado.

MEC-1H



**Figura 27.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300 MHz del compuesto obtenido en  $\text{CDCl}_3$  mediante la reacción química del metil estearato y la sacarosa.



**Figura 28.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del compuesto obtenido en  $\text{CDCl}_3$  mediante la reacción química del metil estearato y la sacarosa.

#### 6.4. Resultados obtenidos mediante las reacciones de la sacarosa con laurato de vinilo (en presencia de DBU), miristato y palmitato de isopropilo en presencia de carbonato de potasio.

Las condiciones experimentales variaron respecto a la temperatura cuando se empleó laurato (sección 5.1.5.2), la cantidad de catalizador básico fue diferente en la reacción de la sacarosa con laurato de vinilo en comparación con el miristato y el palmitato, esta diferencia de catalizador fue determinada con base a la revisión bibliográfica realizada antes y durante la parte experimental. A pesar de que estas bases se asemejan en que son lo suficientemente fuertes como para posibilitar la síntesis del sucroéster, su uso específico difiere en que el DBU es empleado mayoritariamente en migraciones intramoleculares (Krystyna et al., 1994), mientras que el carbonato de potasio si es habitualmente utilizado para promover transesterificaciones de este tipo (Huang et al., 2010), y se utiliza en proporciones muy bajas respecto al ácido graso empleado con el fin de evitar la formación de jabón.

Ya que el DBU no es precursor de la formación de jabón a diferencia del carbonato, éste se puede utilizar en mayor cantidad. En la reacción donde se involucró al laurato de vinilo, el DBU fue utilizado a 1.5 equivalentes respecto a la sacarosa con el objetivo de promover la generación de grupos alcóxido y con ello mayor producción de lauratos de sacarosa. En el caso del carbonato de potasio éste fue utilizado en un relación de 0.1 equivalentes respecto al laurato de vinilo, los motivos de esta determinación ya fueron expuestos con anterioridad.

En los anexos del 3 al 8 se encuentran los espectros IR y RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  de la reacción química entre el laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU a temperaturas 25 y 50 °C. De acuerdo a los espectros RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , en ambas situaciones se presume la formación de laurato de sodio, lo cual pudo haber sucedido mediante los procesos de extracción cuando se utilizó NaCl y butanol para la separación de las fases. Esta explicación radica en que en dichos anexos, no se presentan las señales correspondientes a las de un carbohidrato o las de los átomos de carbonos vinílicos (a 90 y 140 ppm). Es posible que la reacción no haya concluido cuando fue agregada la solución acuosa de cloruro de sodio.

En los espectros IR y RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  obtenidos del palmitato y miristato de isopropilo (anexos 9-14) se pueden observar señales pertenecientes al derivado de ácido graso involucrado respectivamente en cada reacción. En las dos situaciones, en los espectros IR, se puede observar bandas de grupos hidroxilos cerca de 3358  $\text{cm}^{-1}$ , que aparentemente podrían pertenecer a varios de los grupos hidroxilo de la sacarosa. A 1736  $\text{cm}^{-1}$  se puede observar la banda del carbonilo, con lo que se presumiría la posible formación de un sucroester, sin embargo y con el análisis del espectro RMN  $^{13}\text{C}$  se logra evidenciar claramente los carbonos metílicos del grupo isopropilo alrededor de 20.60 ppm. Hecho que conlleva a afirmar que los compuestos elucidados son los respectivos derivados de ácidos grasos empleados al comienzo de la reacción.

La banda a 3358  $\text{cm}^{-1}$  para ambos casos puede argumentarse bajo la explicación de que el compuesto pudo haber absorbido agua del ambiente o pudo haber quedado con residuos de butanol utilizado en el proceso de extracción. En los espectros RMN  $^1\text{H}$  para las dos reacciones también se pueden observar señales poco intensas entre 3 y 5 ppm, señales características de carbohidratos, sin embargo es muy posible que a pesar de haber realizado procesos de purificación, hayan quedado trazas de azúcar.

Los resultados negativos presentados en las dos reacciones anteriores, se fundamentan en que la reacción pudo transcurrir hasta la formación del intermediario tetraédrico y después de ello haberse orientado hacia la formación de reactivos. Lo anterior es posible debido a que el grupo funcional isopropilo pudo ser un mal grupo saliente comparado con la sacarosa, o que al formarse el

propanol este no se hubiera evaporado y la reacción se hubiera revertido hacia los materiales de partida.

### 6.5. Sucroéster sintetizado a partir de Laurato de Vinilo en presencia de carbonato de potasio ( $K_2CO_3$ ).

A continuación se consignara los datos y discusión acerca del sucroéster obtenido mediante la reacción química entre Laurato de Vinilo y sacarosa. En la tabla 5 se presentan las cantidades y condiciones experimentales que arrojaron dichos resultados.

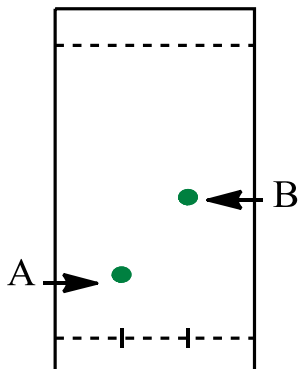
**Tabla 5. Reactivos y condiciones experimentales empleados en la obtención del sucroéster.**

FORMULA	$C_{14}H_{25}O_2$	$C_{12}H_{22}O_{11}$	$K_2CO_3$
Peso molecular	225,35g/mol	342,30g/mol	138,205g/mol
Equivalentes	1,00	3,00	0,1 <sup>a</sup>
Moles reactantes	4,44 mmol	13,31 mmol	0,44 mmol
Masa reactante	1g	4,56g	0,061g
Volumen	1,13 mL	_____	_____

<sup>a</sup>. Equivalentes de carbonato de potasio respecto al Laurato de Vinilo.

La reacción se llevó a cabo a 95 °C en baño de aceite, en 15 mL de DMSO y en la mínima cantidad de carbonato para evitar la formación de jabón. Después de 22 horas cuando se visualizaba que todo el Laurato se había consumido, la reacción fue detenida y las fases fueron extraídas mediante una mezcla de 1-butanol y solución acuosa de NaCl al 25% (1:1), además de ello se realizaron posteriores lavados a la fase orgánica con la solución acuosa de NaCl. Su posterior purificación se realizó por cromatografía en columna empleando como fase móvil acetato de etilo-metanol en una relación 9:1. Esta mezcla de solventes para la fase móvil fue la más adecuada, ya que con este sistema eluyente se observó la generación y separación de dos productos. Hecho que no se visualizó con la mezcla cloroformo-metanol (4:1). El proceso de purificación de estos dos productos (A y B) fue seguido mediante CCD con la misma mezcla eluyente. En la figura 29 se puede observar la cromatoplaqueta de los dos productos, modelada mediante el programa *Chem Draw Ultra*, y en la tabla 6 se pueden ver los R<sub>f</sub> de los compuestos obtenidos.

Después del proceso de purificación de los productos A y B se obtuvieron dos sólidos blancos con rendimientos del 27 y 16% respectivamente. El producto A presentó un olor a banano característico de compuestos ésteres.



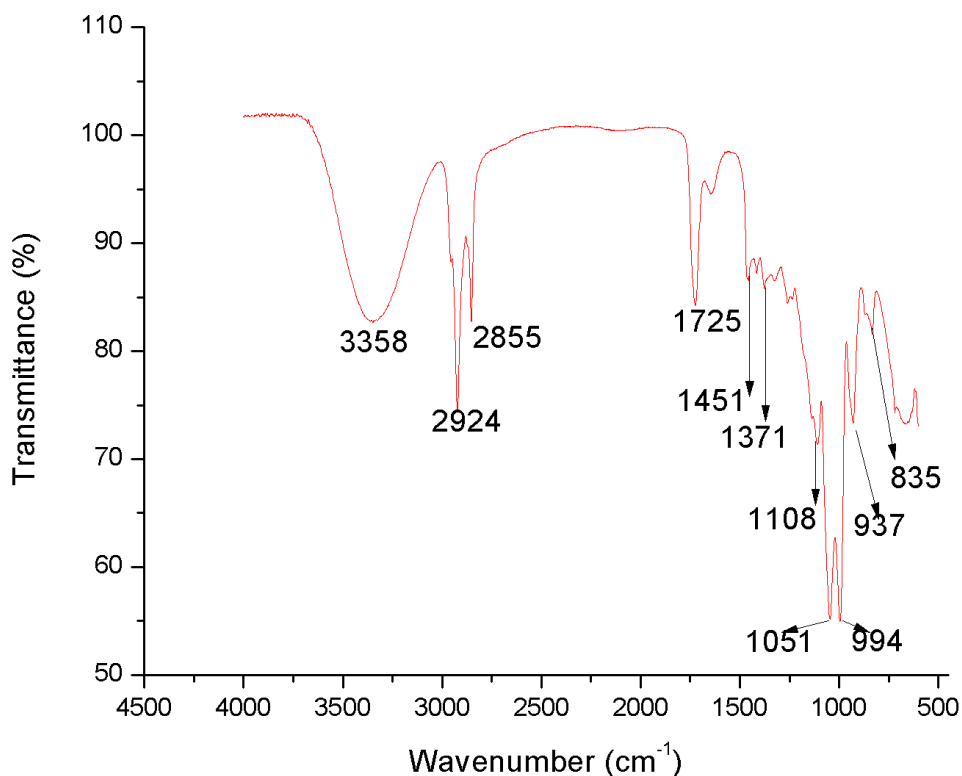
**Figura 29.** Cromatoplaca de los productos A y B purificados. Fase móvil acetato de etilo-metano (9:1)

**Tabla 6. Rf de los productos sintetizados.**

Producto	Rf
A	0.22
B	0.48

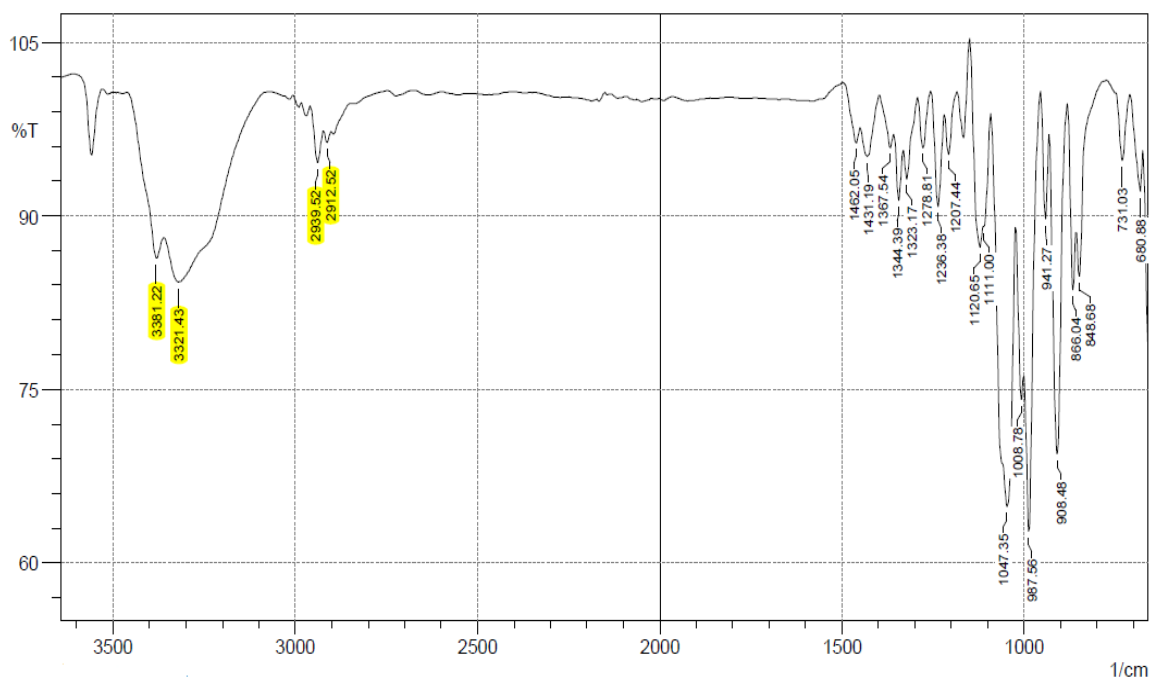
De acuerdo a los Rf presentados en la tabla 6, se afirma que el más cercano a lo reportado en artículos científicos, es el calculado en el producto A. En investigaciones científicas se han encontrado Rf para ésteres de sacarosa monosustituídos con un valor de 0.27, sin embargo estos Rf fueron calculados a partir de una mezcla eluyente acetato de etilo-metanol en proporción 4:1. Con lo que se concluye que el Rf del compuesto A es solo una aproximación y un buen indicio para suponer la síntesis del sucroéster bajo esta metodología.

En la figura 30 (IR) se pueden evidenciar bandas correspondientes a los grupos más representativos en los compuestos de partida. A  $3358\text{ cm}^{-1}$  se observa una banda característica de grupos hidroxilos de la sacarosa, las bandas de los grupos metilos y metilenos de la cadena alquílica se presentan  $2924\text{ cm}^{-1}$  y  $2855\text{ cm}^{-1}$  respectivamente. Por último respecto al grupo carbonilo, claramente se puede ver una banda a  $1725\text{ cm}^{-1}$ , número de onda específico de vibración de los enlaces de este grupo funcional. Respecto a lo visto en la CCD y al análisis por IR ya se tiene cierto grado de certeza sobre la formación de un éster de sacarosa posiblemente monosustituído.



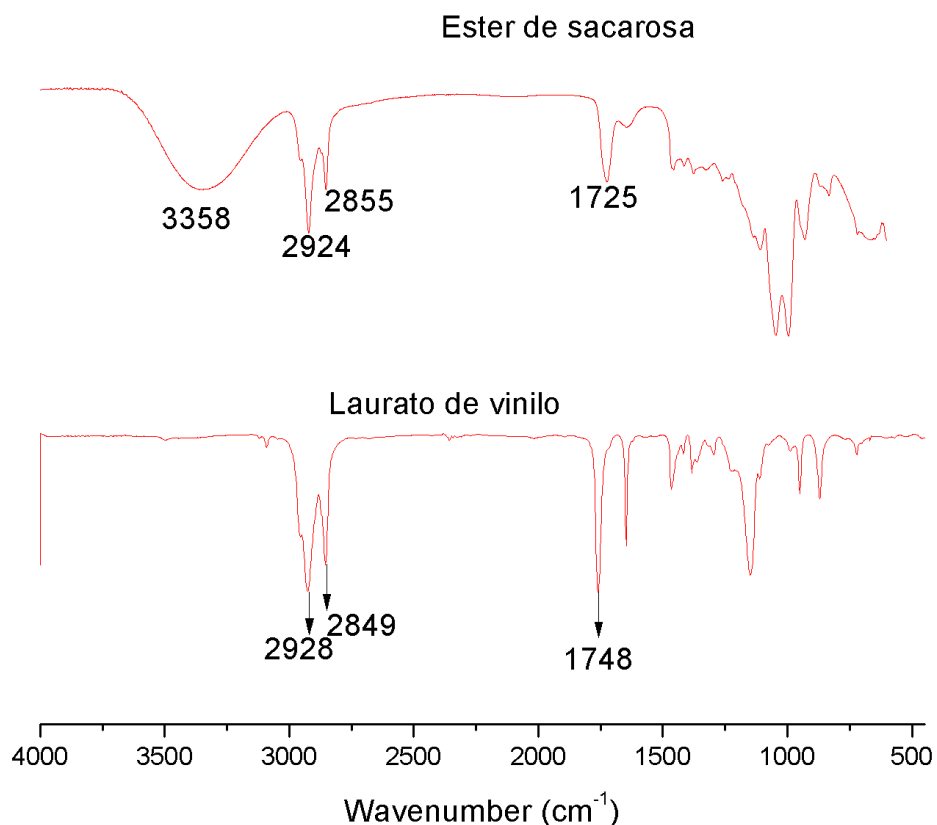
**Figura 30.** Espectro IR del sucroéster (Compuesto A) obtenido mediante la reacción química del laurato de vinilo y sacarosa en presencia de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

En las figuras 31 y 32 se ilustra el espectro IR de la sacarosa y los espectros IR del sucroester y el laurato de vinilo respectivamente.



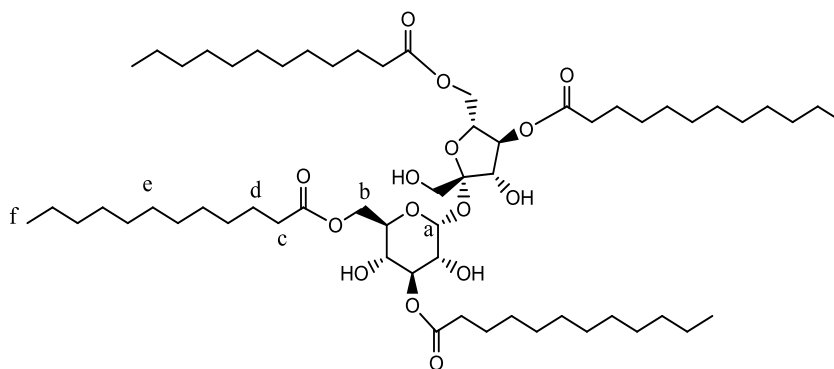


**Figura 31.** Espectro IR de la sacarosa

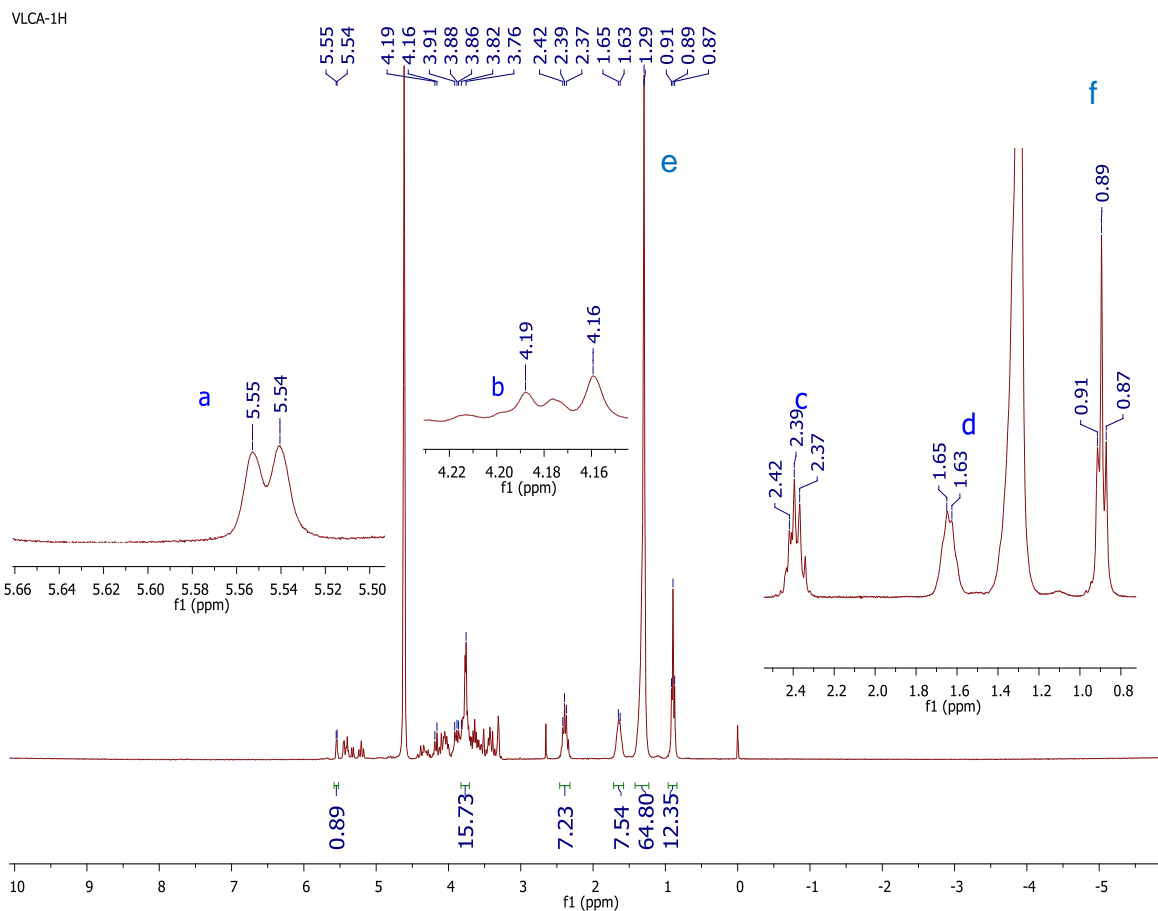


**Figura 32.** Espectro IR del laurato de sacarosa (superior) y laurato de vinilo (inferior).

En las últimas dos figuras se puede observar claramente lo explicado en el párrafo anterior. En la figura 32 parte superior se pueden observar bandas características de grupos hidroxilo de la sacarosa (figura 32) y grupos funcionales metílicos, metilénicos y carbonilo del laurato de vinilo (figura 33, parte inferior).



**Figura 33.** Estructura del laurato de sacarosa (RMN  $^1\text{H}$ ).

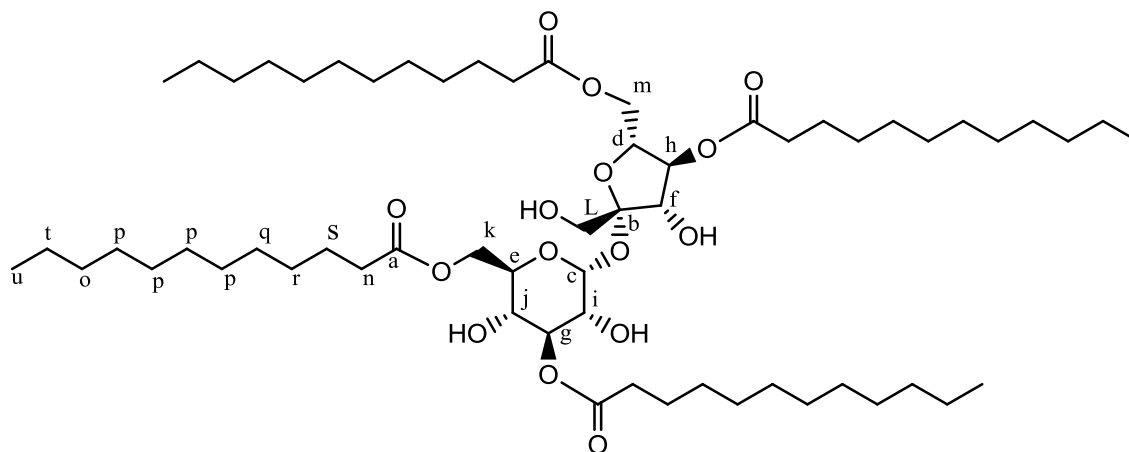


**Figura 34.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300 MHz del laurato de sacarosa ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) en (MeOD).

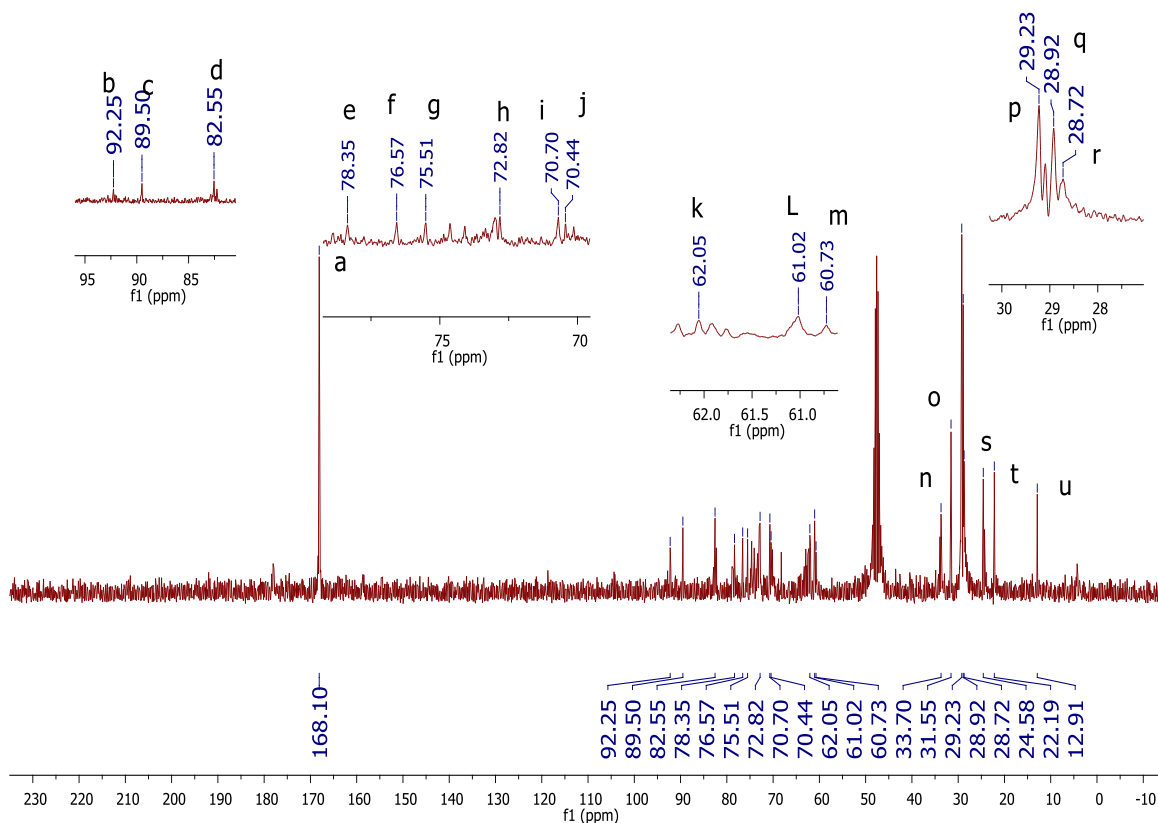
En la figura 34 se puede observar el espectro del laurato de sacarosa. en este espectro se pueden ver señales correspondientes a los protones de grupos metilénicos, un singulete a 1.29 ppm el cual integra para aproximadamente 64 protones de este tipo, se observan señales correspondientes a un triplete alrededor de 0.89 ppm integrando para 12 protones metílicos, seguidamente se pueden elucidar las señales de protones de dos grupos metilenos pertenecientes a la cadena alquílica del laurato, más desplazados hacia campo bajo con señales a 1.63 ppm y 2.39 ppm respectivamente. Con ello se caracteriza la parte apolar de la molécula (figura 33). Señales de protones entre 3 y 5 ppm dan cuenta de un carbohidrato presente en la molécula principal. Además de lo anterior, dentro de las señales protónicas más representativas correspondientes a este tipo de compuesto, se puede evidenciar la del protón anomérico de la piranosa presentada como un doblete cerca de 5.55 ppm integrado para un solo protón.

En las figuras 35 y 36 correspondientes a la estructura del laurato de sacarosa y el espectro RMN  $^{13}\text{C}$  respectivamente, se pueden observar señales tales como: la del carbono del grupo carbonilo a 168.10 ppm, aquellas entre 22 y 33 ppm asignadas con las letras *p*, *q*, *r*, *s*, *n*, *t*, *o*, pertenecientes a grupos  $\text{CH}_2$  de la cadena hidrocarbonada del componente graso de la molécula, y señales a 92.25 y 89.50 ppm específicas de átomos de carbonos anoméricos asignados con las letras *b* y *c* de la fructosa y glucosa respectivamente.

Se concluye con toda certeza que bajo esta metodología (figuras 7 y 13) se logró sintetizar y elucidar claramente el laurato de sacarosa, específicamente un poli-laurato de sacarosa. La temperatura fue el parámetro que pudo haber condicionado principalmente la formación de este compuesto, con ello se puede presumir que en futuras investigaciones y con el objetivo de producir esteres de sacarosa con menor grado de sustitución y optimizar las condiciones de reacción, sería posible establecer condiciones experimentales más suaves en cuanto a la temperatura y al catalizador se refiere. Vale la pena mencionar que el laurato de vinilo al principio tenía un color amarillo claro característico de este compuesto, sin embargo cuando se iba llevar a cabo la reacción su aspecto era totalmente transparente. Este último suceso hace pensar que además de la temperatura, el bajo rendimiento respecto al producto sintetizado pudo ser debido a la posible contaminación del laurato de vinilo.



**Figura 35.** Estructura del laurato de sacarosa (RMN  $^{13}\text{C}$ ).



**Figura 36.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del laurato de sacarosa ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ). MeOD

En los anexos 15 y 16 se ilustran los espectros RMN  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  del laurato de potasio, producto secundario formado en la metodología expuesta en esta sección. En ambos espectros se pueden observar señales representativas de protones y carbonos pertenecientes al jabón formado. Según lo reportado en artículos científicos y lo visto en la parte experimental, siempre se presentaron pequeñas cantidades de jabón al final de la reacción. Este proceso sigue el mecanismo de la figura 25, y la cantidad de producto sintetizado no depende solo de la temperatura, sino también de la cantidad de catalizador además de su basicidad relativa y la presencia de agua en la reacción.

#### 6.6. Sucroéster sintetizado a partir de laurato de vinilo en presencia de fosfato de hidrogeno dibásico ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ).

A continuación se consignara los datos y discusión acerca del sucroéster obtenido mediante la reacción química entre laurato de vinilo y sacarosa utilizando  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ . En la tabla 6 se presentan los datos experimentales de dichos resultados.

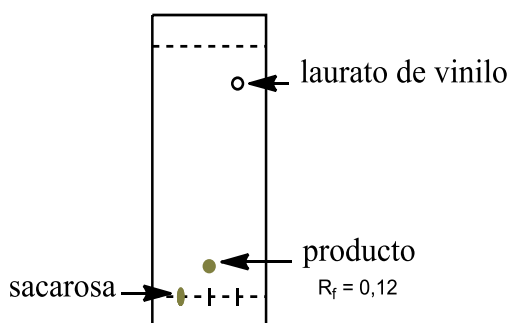
**Tabla 7. Reactivos y condiciones experimentales empleados en la obtención del sucroéster.**

FORMULA	$C_{14}H_{25}O_2$	$C_{12}H_{22}O_{11}$	$Na_2HPO_4$
Peso molecular	225,35g/mol	342,30g/mol	141,96g/mol
Equivalentes	1,00	4,00	1,4 <sup>a</sup>
Moles reactantes	2,22 mmol	8,88 mmol	12,43 mmol
Masa reactante	0,5g	3,04g	1,76g
Volumen	0,6 mL	_____	_____

<sup>a</sup> Equivalentes de  $Na_2HPO_4$  respecto a la sacarosa.

La reacción se llevó a cabo a 50 °C en baño de aceite en suficiente DMSO y  $Na_2HPO_4$  para lograr el objetivo principal de este proyecto. Después de 22 horas, tiempo que tomo el laurato de vinilo en consumirse, la reacción fue parada y las fases fueron extraídas mediante una mezcla de 1-butanol y solución acuosa de NaCl al 25% (1:1), además de ello se realizaron posteriores lavados a la fase orgánica con la solución acuosa de NaCl. Su posterior purificación se realizó por cromatografía en columna empleando como fase móvil acetato de etilo-metanol en una relación 9:1. El anterior proceso fue seguido mediante CCD con la misma mezcla eluyente. En la figura 38 se puede observar la cromatoplaca del producto, modelada mediante el programa *Chem Draw Ultra*.

Después del proceso de purificación se obtuvo un sólido de aspecto gelatinoso con un rendimiento del 19%. Este compuesto también presentó olor a banano característico de compuestos ésteres.

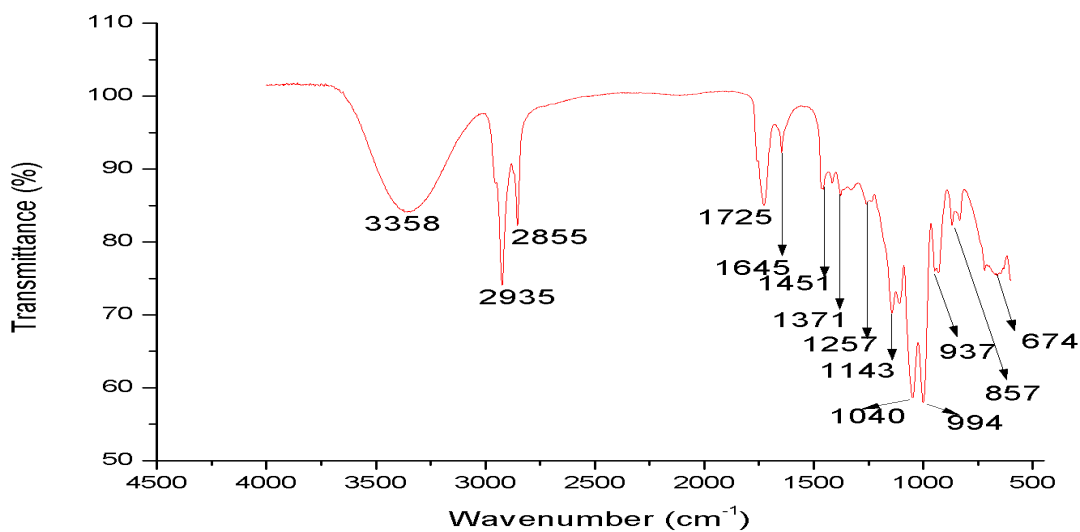


**Figura 37.** Cromatoplaca del laurato de sacarosa, laurato de vinilo y sacarosa.

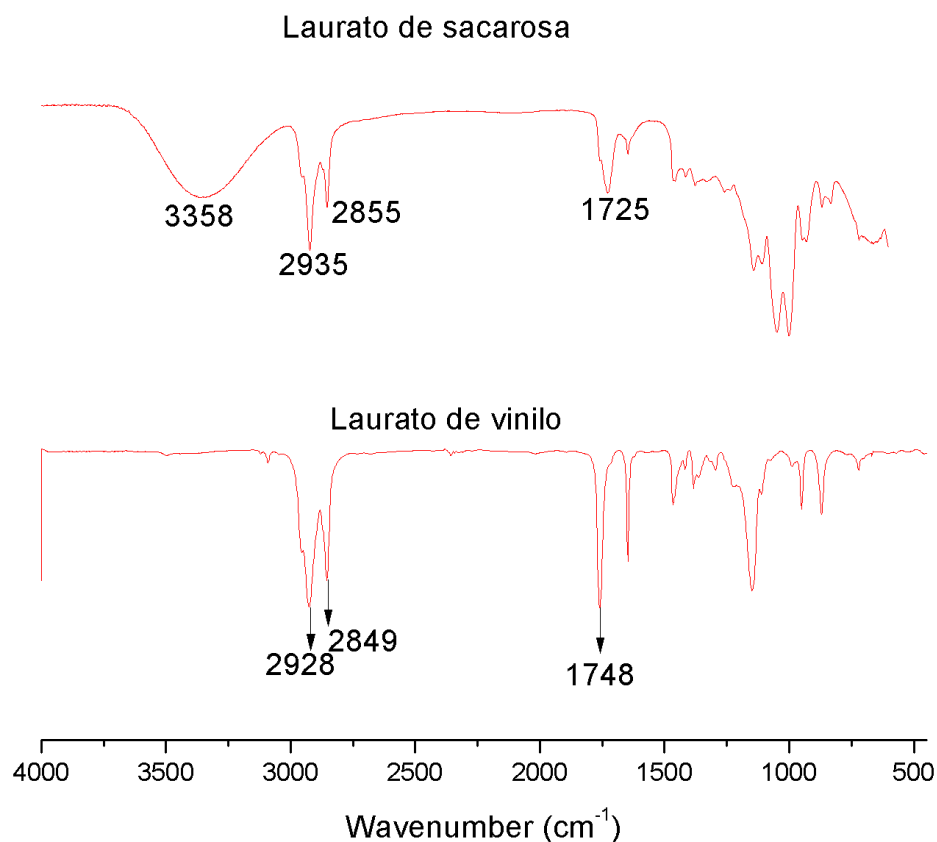
En la figura 37 se puede observar claramente la presencia de un compuesto diferente a los reactivos de partida. Respecto al  $R_f$  no es posible hacer alguna

aproximación puesto que dista mucho a los encontrados en revistas, con la aclaración de que en éstas se utilizaba la misma fase móvil pero con diferente polaridad. Por lo anterior fue necesario caracterizar el compuesto obtenido mediante espectroscopía infrarroja y RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ .

La figura 38 presenta el espectro IR del posible laurato de sacarosa, en éste se observan bandas muy similares a las ilustradas en la figura 30. Bandas pertenecientes a grupos hidroxilo de la sacarosa a  $3358\text{ cm}^{-1}$ , frecuencias de grupos  $\text{CH}_3$  y  $\text{CH}_2$  a  $2935$  y  $2855\text{ cm}^{-1}$  de la cadena hidrocarbonada y una banda a  $1725\text{ cm}^{-1}$  del grupo carbonilo, implican la posible existencia de un sucroéster. La aparición del grupo carbonilo y los grupos correspondientes a la cadena alquílica del laurato pueden notarse comparando las figuras 32 y 38. Además de ello, en la figura 39, se puede notar la aparición de la banda del grupo hidroxilo y las bandas correspondientes a la huella dactilar del carbohidrato.



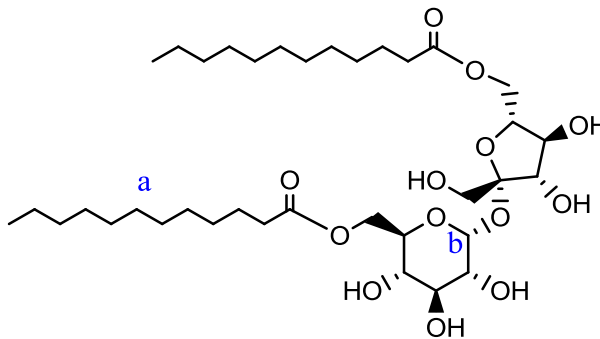
**Figura 38.** Espectro IR del laurato de sacarosa ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )



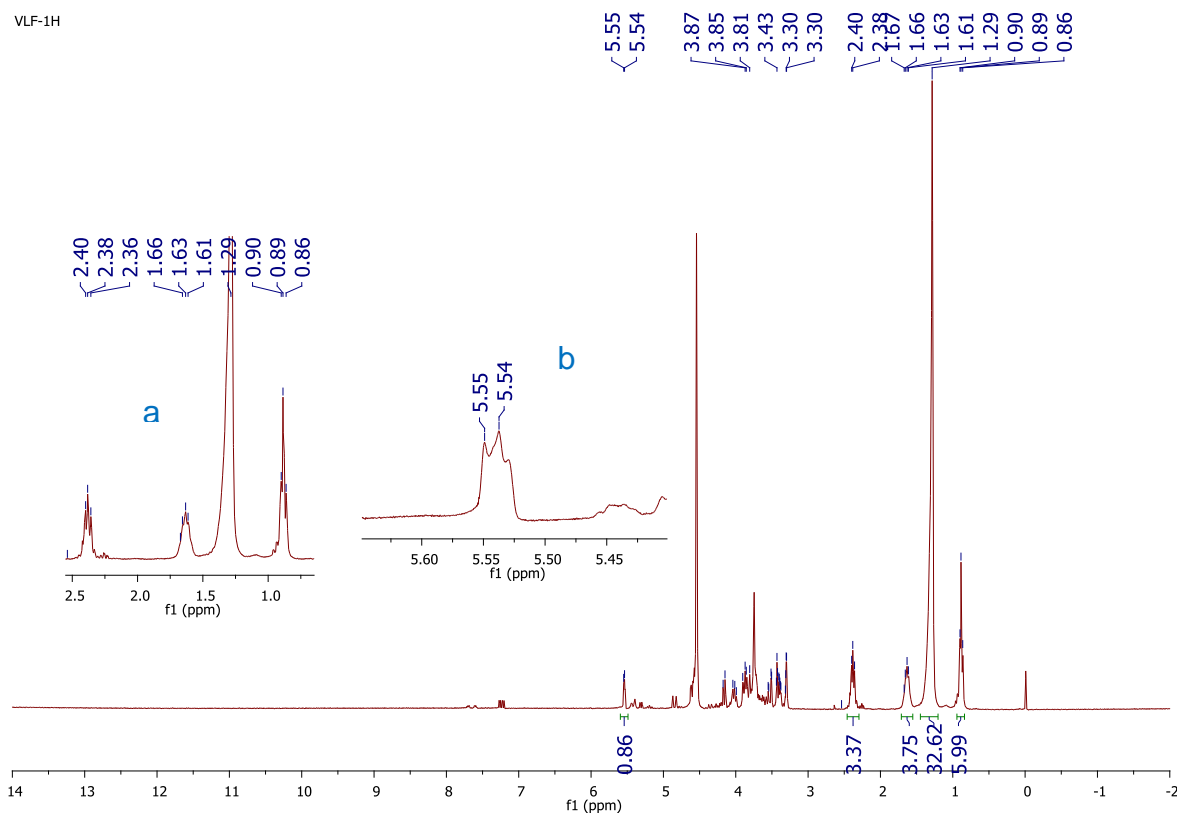
**Figura 39.** Espectros IR del laurato de sacarosa (superior) y laurato de vinilo (inferior). ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )

En la figura 41 se presenta el espectro RMN  $^1\text{H}$  del laurato de sacarosa, en éste se pueden observar la señal *b* correspondiente a los protones de la cadena alquílica de la molécula. Entre estas señales se encuentran un triplete correspondiente a protones metílicos al final de la cadena a 0.89 ppm, un singulete a 1.29 ppm integrando para 32 protones y las señales de protones metilénicos a 1.63 y 2.38 ppm respectivamente. Por otra parte se visualiza un doblete específico del protón anomérico cerca de 5.54 ppm, siendo esta última la señal más representativa y clara de la parte polar de la molécula. Interpretadas estas señales se concluye que el compuesto sintetizado es un di-laurato de sacarosa. No se evidencia la presencia de jabón en comparación con la reacción llevada a cabo en presencia de carbonato, debido a que la basicidad relativa del fosfato es menor ( $\text{p}K_a$  12.35) comparándola con el  $\text{K}_2\text{CO}_3$  con un  $\text{p}K_a$  del ácido conjugado de 10.25. Es por esto que se utilizó mayor cantidad de fosfato que de carbonato, ya que si bien se evita en mayor grado la formación de jabón, es probable que el catalizador no desprotona con facilidad los grupos hidroxilo de la sacarosa y no se dé el ataque nucleofílico sobre el carbono carbonílico del laurato. Es importante recordar que la desprotonación de ciertos compuestos depende en gran parte de la fuerza básica del compuesto catalizador, en este caso el fosfato de hidrogeno disódico. También es de resaltar que en este caso la temperatura fue menor con

referencia a la reacción anterior, con ello se pudo disminuir en mayor porcentaje la probabilidad de encontrar jabón al final de la reacción.



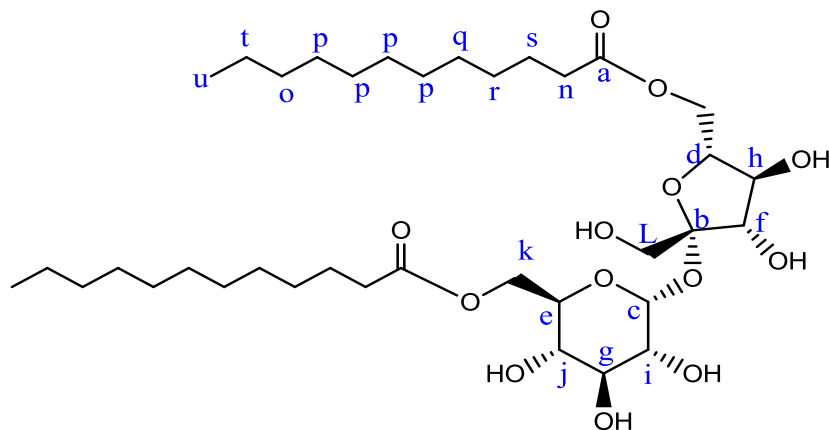
**Figura 40.** Estructura química del di-laurato de sacarosa



**Figura 41.** Espectro RMN <sup>1</sup>H a 300 MHz del laurato de sacarosa (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>). (MeOD)

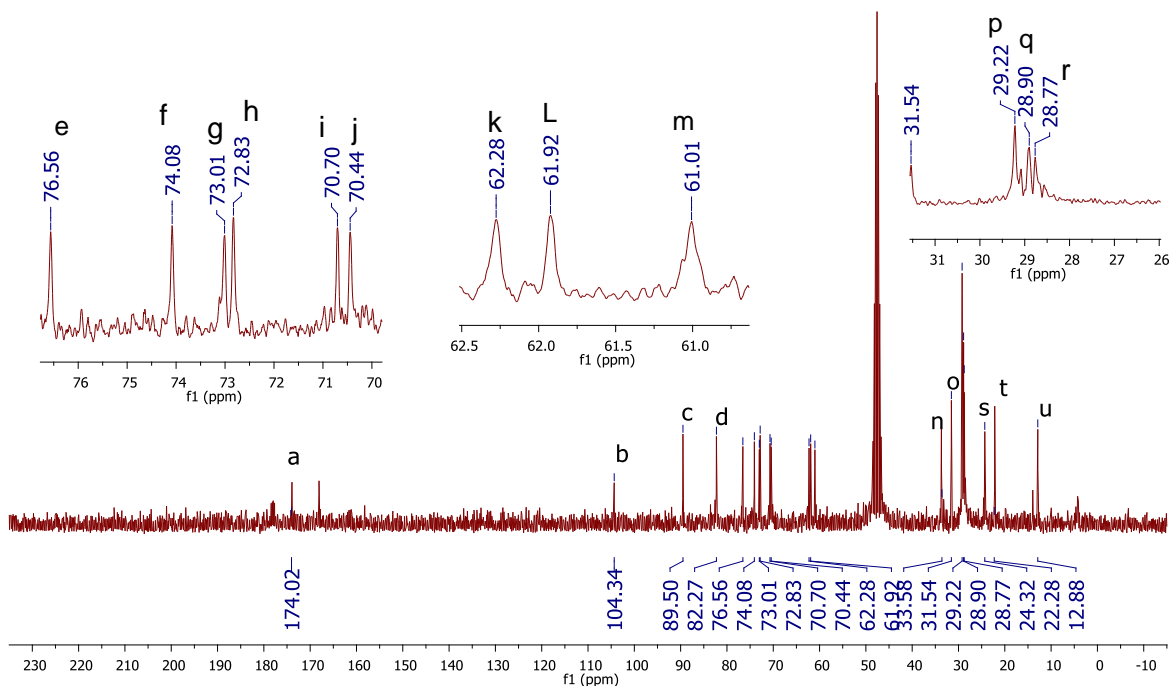


En las figuras 42 y 43 se observan complementariamente la estructura con las señales asignadas y el espectro RMN  $^{13}\text{C}$  del éster de sacarosa sintetizado por medio de esta metodología, y al igual que en los espectros estudiados hasta ahora, en este se interpretan las señales más representativas del compuesto elucidado.



**Figura 42.** Estructura química del di-laurato de sacarosa (RMN  $^{13}\text{C}$ )

VLF-13C



**Figura 43.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del di-laurato de sacarosa (MeOD).

En la figura 43 se ilustra el espectro RMN  $^{13}\text{C}$  del di-laurato de sacarosa sintetizado en presencia de fosfato de hidrogeno disódico. Dentro de las señales más relevantes se encuentran la del carbono del carbonilo a 174.02 ppm, esta señal está acompañada por una señal cerca de 170 ppm correspondiente al otro carbono carbonílico. Esta última señal puede ser diferenciada de su homólogo ya que los dos carbonos carbonilos están en ambientes químicos algo diferentes y por lo tanto presentan desplazamientos químicos diferentes. Por otro lado se presentan señales de las cadenas alquílicas entre 33 y 22 ppm. También se pueden ver las señales correspondientes a los carbonos anoméricos de la fructosa y glucosa a 104.34 y 89.50 ppm respectivamente.

Se puede concluir que el resultado esperado en las dos últimas reacciones difiere de las demás ya que en estos dos últimos casos la formación del alcohol vinílico y su posterior tautomerización a acetaldehído, el cual ebulle cerca de 20 °C, desplaza el equilibrio de la reacción hacia la formación de productos (Angeles et al., 2001). Por lo anterior es aconsejable utilizar esta clase de derivados de ácidos grasos para este tipo de transformaciones químicas. También es importante mencionar que la longitud de la cadena también es un factor importante debido a que ácidos grasos con cadenas alquílicas largas tardan más tiempo en reaccionar.

En el anexo 17 se puede encontrar las condiciones de reacción y rendimientos de las reacciones involucradas en el mecanismo de transesterificación. Por otra parte en el anexo 18 se encuentra un esquema comparativo de los espectros RMN  $^{13}\text{C}$  más representativos donde se pueden observar la aparición y ausencia de las señales más representativas de los carbonos para cada producto señalado.

## 7. CONCLUSIONES

Con esta investigación se concluye que se lograron obtener dos ésteres de sacarosa, un poli-laurato de sacarosa y un di-estearato de sacarosa a partir de la transesterificación del laurato de vinilo en presencia de carbonato de potasio y fosfato de hidrogeno dibásico respectivamente.

Se pudo caracterizar todos los compuestos obtenidos mediante la utilización de espectroscopía infrarroja (IR) y resonancia magnética nuclear (RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ).

Se logró la purificación de todos los compuestos sintetizados mediante técnicas cromatograficas, y a partir de ensayos experimentales se pudo establecer que la fase móvil ideal para la separación de sucroésteres di y polisustituidos, es la compuesta por acetato de etilo-metanol 9:1.

De los cinco derivados grasos empleados se concluye que el laurato de vinilo es el más adecuado para llevar a cabo la síntesis de sucroésteres, sin descartar la posible obtención de estos compuestos a través de derivados grasos halogenados.

A partir de los catalizadores utilizados en las diferentes reacciones se llega a la conclusión de que los más apropiados para este tipo de reacción química son el  $\text{K}_2\text{CO}_3$  y  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ .

Se puede afirmar que parámetros tales como: la temperatura, la cantidad y tipo de catalizador utilizado en estos procedimientos, son aspectos claves para llevar a cabo la obtención de ésteres de sacarosa con diferentes grados de sustitución. A sí mismo a condiciones suaves de temperatura y pocas cantidades de un catalizador básico como carbonato de potasio, se puede lograr la síntesis de sucroésteres con rendimientos altos y poca cantidad de jabón como subproducto de reacción.

Fue posible comprobar experimentalmente que la síntesis de sucroésteres por la vía química mediante catálisis ácida no fue viable. Que bases como DBU serían apropiadas para la realización de migraciones intramoleculares y con esto lograr ésteres de sacarosa sustituidos en posiciones específicas.

Por último, se puede afirmar que con la creación química del poli-laurato de sacarosa sería posible lograr la síntesis de polímeros a base de sacarosa con diferentes aplicaciones a nivel industrial.

## 8. RECOMENDACIONES

Con miras a obtener sucroésteres sustituidos en posiciones específicas y con buenos porcentajes de rendimiento, se recomienda buscar las condiciones experimentales adecuadas que permitan la consecución de dicho objetivo. Una vez encontrada dichas condiciones, se podrán evaluar las propiedades surfactantes de cada compuesto de acuerdo a la posición sustituida y a la longitud de la cadena alquílica de la molécula sintetizada.

Para la consecución de sucroésteres a partir de compuestos halógenados se recomienda empezar desde el halogenuro de acilo y no del ácido graso, ya que para halogenar este último compuesto se requiere de compuestos muy inestables, corrosivos, de difícil manipulación y altamente tóxicos.

En principio se pensaba que la purificación del compuesto sería la parte más difícil del proyecto, esto pensando en el DMSO, ya que es un compuesto con un punto de ebullición elevado y por tanto de difícil evaporación. Sin embargo este proceso se llevó a cabo de forma sencilla en el procedimiento de extracción, ya que este solvente se distribuyó totalmente en la fase acuosa. A pesar de lo anterior se recomienda buscar un solvente alternativo más amigable con el medio ambiente debido a aspectos de toxicidad relacionados con el DMSO. Así mismo se recomienda, una vez encontradas las condiciones de reacción ideales, tratar de cambiar aquellas sustancias que signifiquen gran contaminación para el medio ambiente por otros materiales más amigables.

Por último y siguiendo este marco de investigación, se recomienda la utilización de técnicas de transformación sencillas, bajo condiciones suaves de reacción y procedimientos de purificación poco complejos.

## 9. REFERENCIAS

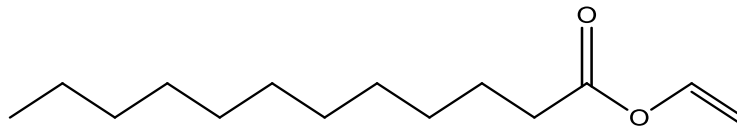
- Aldabbagh, F., 2005, Acid Halides: Comprehensive Organic Functional Group Transformations 2, v. 5, p. 18.
- Angeles, C. M., J. P. Francisco, F. Manuel, B. Manuel, and B. Antonio, 2001, Improved Synthesis of Sucrose Fatty Acid Monoesters: JAOCS, v. 78, p. 6.
- Bruice, Y., Paula, 2010, How Class I Carbonyl Compounds React, *in* Pearson, ed., Organic Chemistry.
- Bruice Yurkanis, P., 2010a, Carbonyl compounds, Chem draw, California, Pearson, p. Se observan las cargas parciales del carbono y el oxígeno del grupo carbonilo.
- Bruice Yurkanis, P., 2010b, How Class I Carbonyl Compounds React, *in* Pearson, ed., Organic Chemistry: Estados Unidos, p. 717-718.
- Bruice Yurkanis, P., 2010c, Mecanismo de obtención del éster de sacarosa a partir del ácido esteárico, *in* S. c. d. acilo, ed., Chems sketch, United States, PEARSON, p. Mecanismo de obtención del éster de sacarosa a partir del ácido esteárico.
- Bruice Yurkanis, P., 2010d, Mecanismo de reacción de una sustitución nucleofílica, *in* S. Nucleofílica, ed., Chems sketch, United States, PEARSON.
- Carey, F. A., 2006a, *in* Mac.Graw.Hill, ed., Química orgánica: Mexico, p. 863-866.
- Carey, F. A., 2006b, Esterificación, *in* M. G. Hill, ed., Química Orgánica: México, p. 648-649.
- Carey, F. A., 2006c, Sustitución Nucleofílica en el Acilo de los Cloruros de Acilo, *in* M. G. Hill, ed., Química Orgánica: México, p. 850.
- Carey, F. A., 2006d, Sustitución Nucleofílica en el Acilo de los Cloruros de Acilo, *in* M. G. Hill, ed., Química Orgánica: México, p. 846.
- Colonna, P., 2010a, La química verde: Zaragoza, 549 p.
- Colonna, P., 2010b, Sacaroquímica, *in* S. A. Acribia, ed., La química verde: Zaragoza, p. 240-241.

- Huang, D., X. Jiang, H. Zhu, X. Fu, K. Zhong, and W. Gao, 2010, Improved synthesis of sucrose fatty acid monoesters under ultrasonic irradiation: *Ultrasonics Sonochemistry*, v. 17, p. 4.
- Krystyna, B., N.-C. Caroline, B. Joseph, T. Pierre, and P. Daniel, 1994, A new synthesis of 6-O-acylsucroses and of mixed 6,6'-di-O-acylsucroses: *Carbohydrate Research*, v. 269, p. 10.
- Osipow, L., F. D. Snell, Y. W. C., and F. Arthur, 1956, Fatty Acid Esters of Sucrose: *Industrial and Engineering Chemistry*, v. 48, p. 1461.
- P., R. G., and T. H. M., 1978 A Solvent-free Synthesis of Sucrose Polyesters: *Journal of the American Oil Chemists' society*, v. 55, p. 4.
- Queneau, Y., S. Jarosz, B. Lewandowski, and F. Juliette, 2008, Sucrose Chemistry and Applications of Sucrochemicals: *Advances in Carbohydrate Chemistry and Biochemistry*, v. 61, p. 291.
- S.Kinugasa, K.Tanabe, and T.Tamura, 2013-05-14a, Sodium Stearate, Spectral Database for Organic Compounds, SDBS, Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST).*
- S.Kinugasa, K.Tanabe, and T.Tamura, 2013-05-14b, Stearic Acid, Spectral Database for Organic Compounds, SDBS, Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST).*
- Salas, G., Georgina, 2004, *BIOQUÍMICA: LA CIENCIA DE LA VIDA*, 340 p.
- Wade, L. G., 2010a, Condensation of Acids with Alcohols: The Fischer Esterification, *in* Pearson, ed., *Organic Chemistry: United States*, p. 960-961.
- Wade, L. G., 2010b, Synthesis and Use of Acid Chlorides, *in* Pearson, ed., *Organic Chemistry: United States*, p. 968-969.
- Wade, L. G., 2010c, Transesterification, *in* Pearson, ed., *Organic Chemistry: United States*, p. 1004-1006.
- Wang, Q., S. Zhang, and J. Yang, 2007, Regioselective formation of 6-O-acylsucroses and 6,30-di-O-acylsucroses via the stannylene acetal method: *Carbohydrate Research*, v. 342, p. 7
- Weininger, S. S., Frank, 1988, *Química Organica: España*.
- Wiley, j., 2006, *Bioquímica: Argentina*, 1763 p.

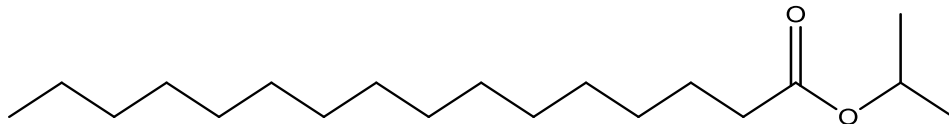
Yves, Q. F., Juliette, 2010a, Sacaroquímica, *in* S. A. Acribia, ed., La química verde: Zaragoza, Paul colonna, p. 235-236.

Yves, Q. F. J., 2010b, Sacaroquímica: reactividad y selectividad, *in* S. A. Acribia, ed., La química verde: Zaragoza, Paul Colonna, p. 237-238.

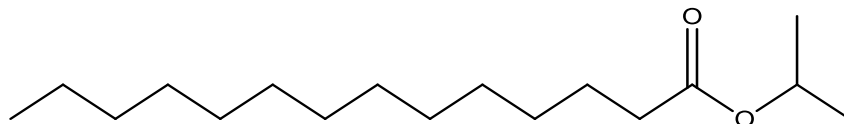
## 10. ANEXOS



Laurato de vinilo

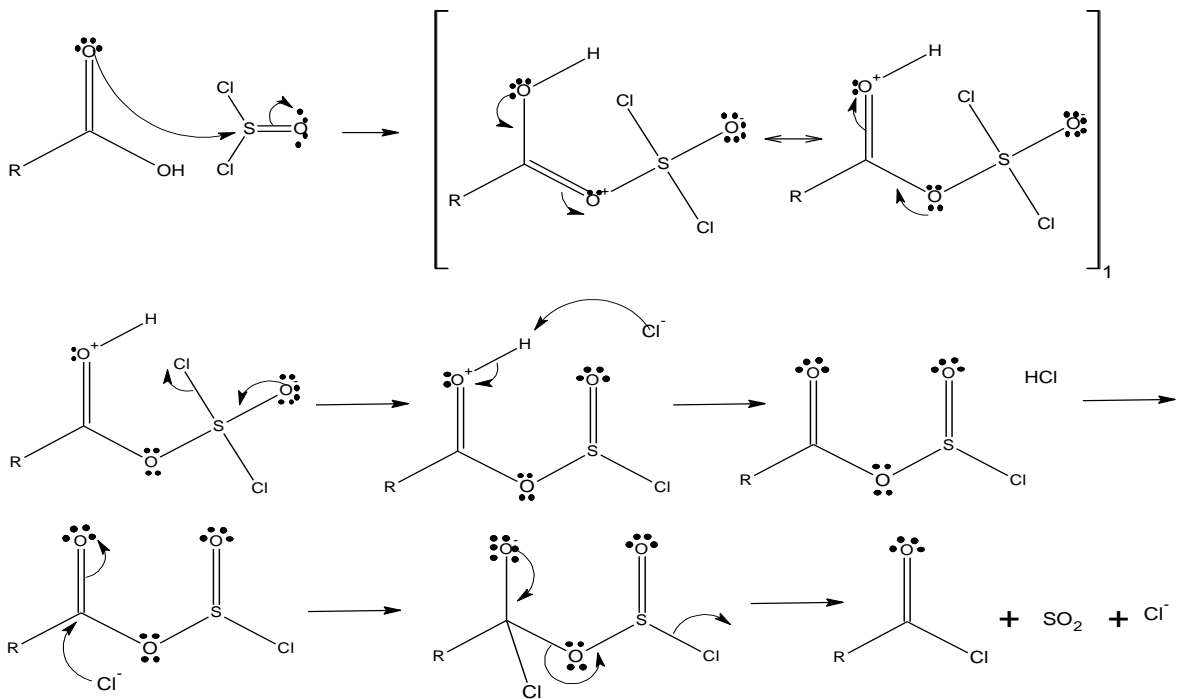


palmitato de isopropilo



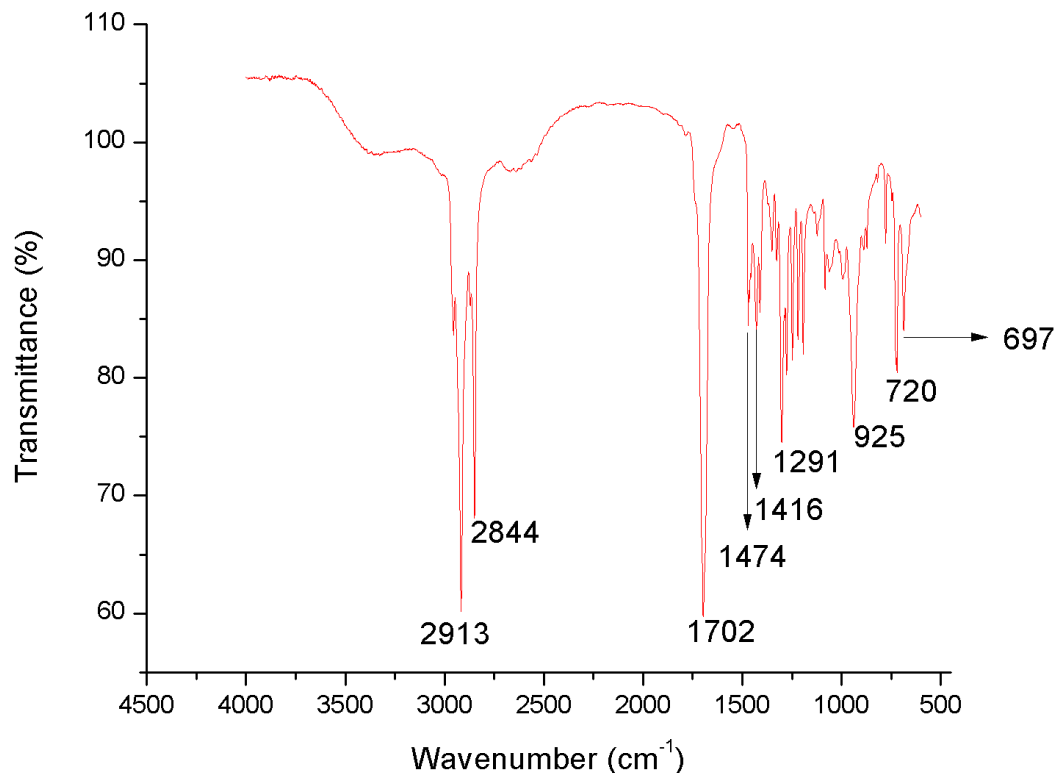
miristato de isopropilo

**Anexo 1.** Estructuras del laurato de vinilo, palmitato de isopropilo, y miristato de isopropilo.

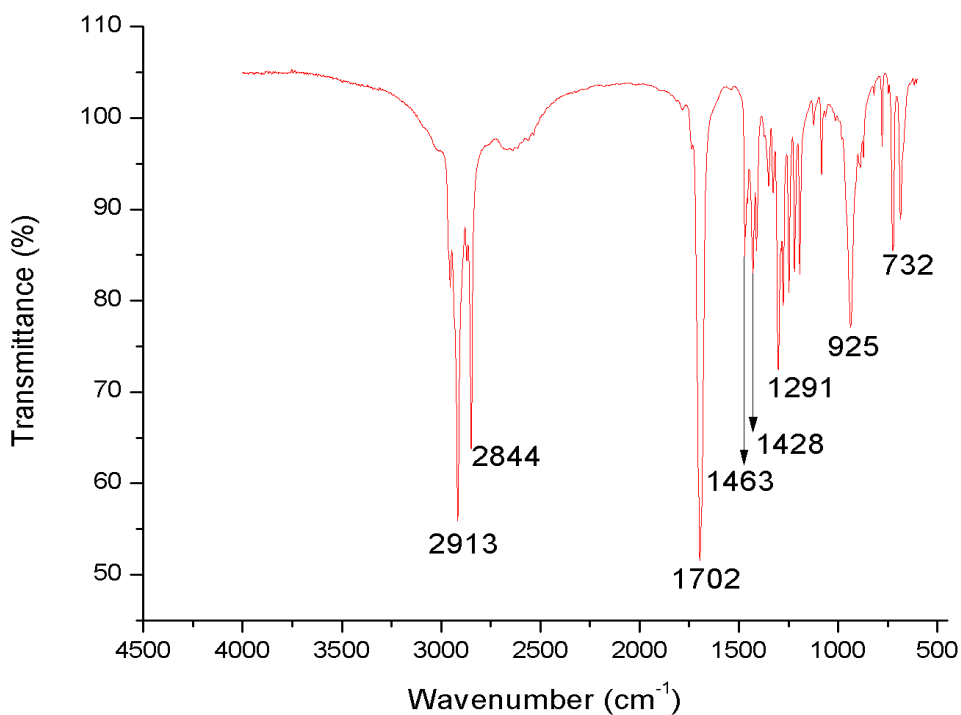


**Anexo 2.** Mecanismo de reacción para la halogenación del ácido esteárico.

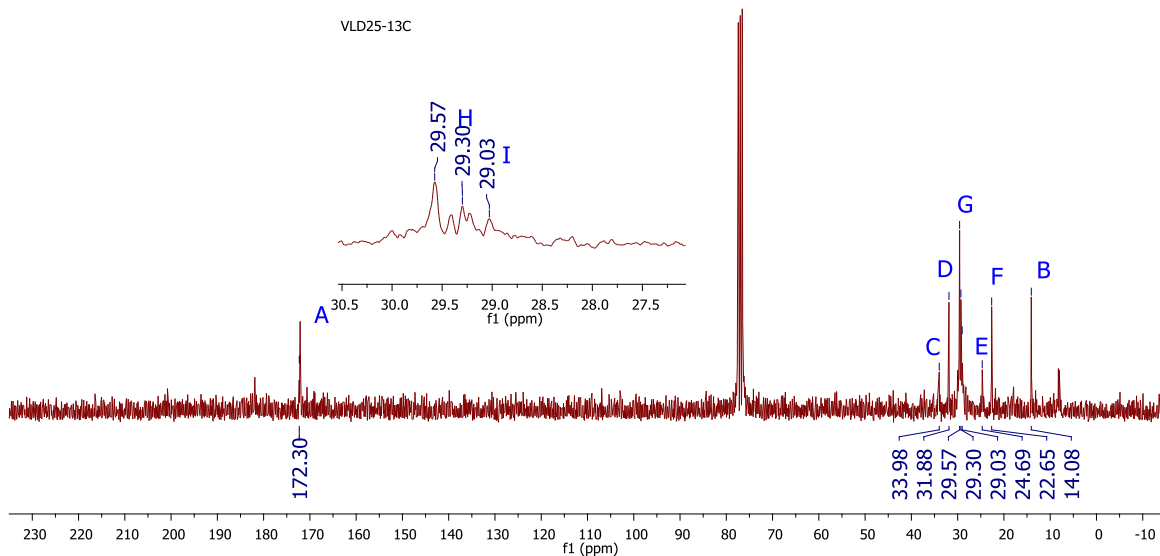
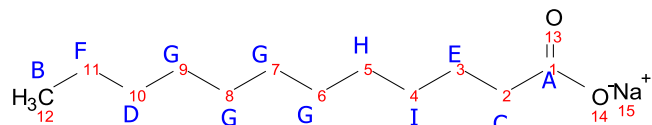




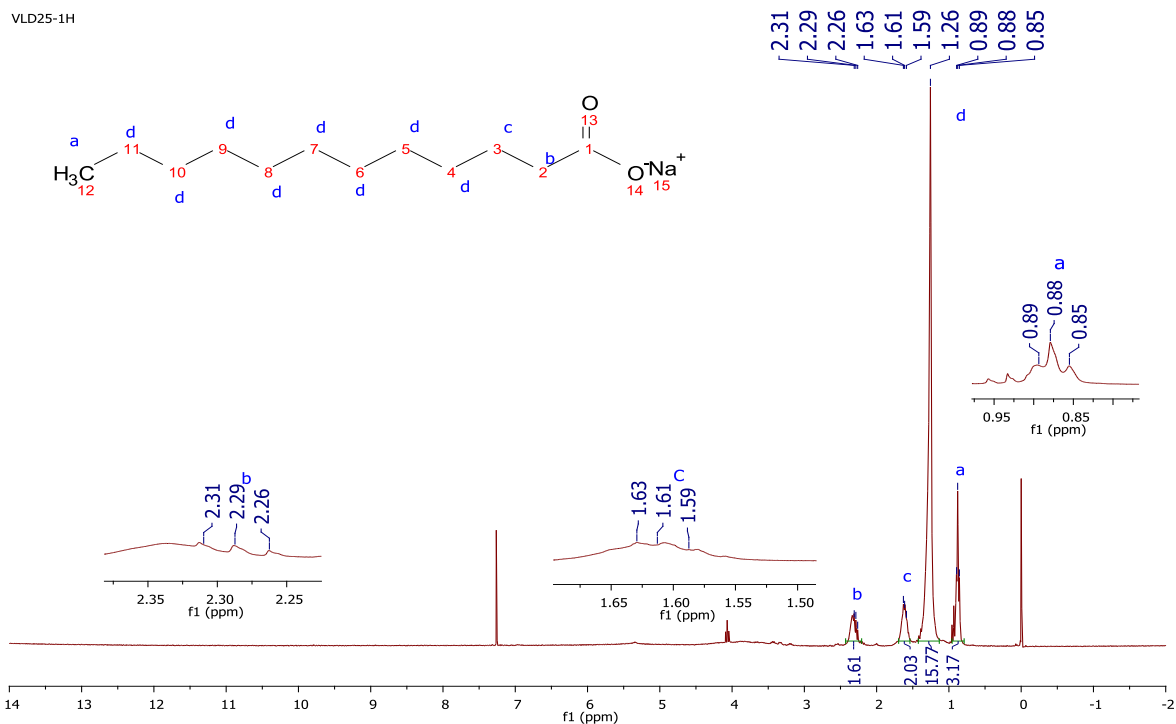
**Anexo 3.** Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 25 °C



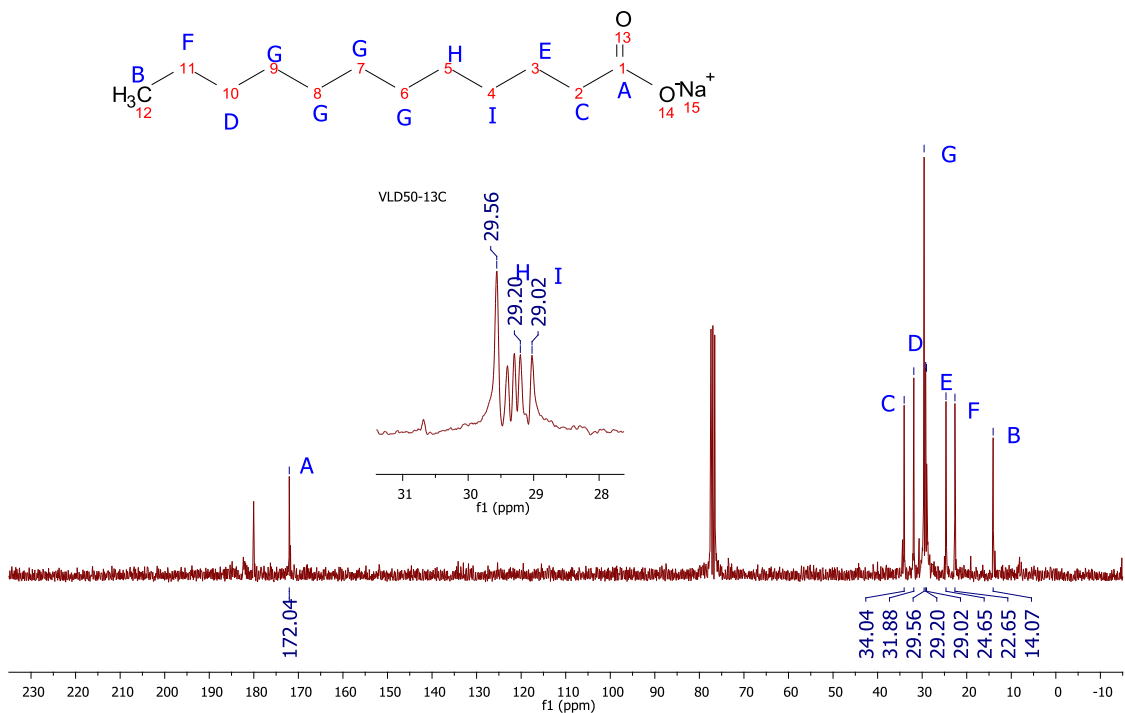
**Anexo 4.** Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 50 °C.



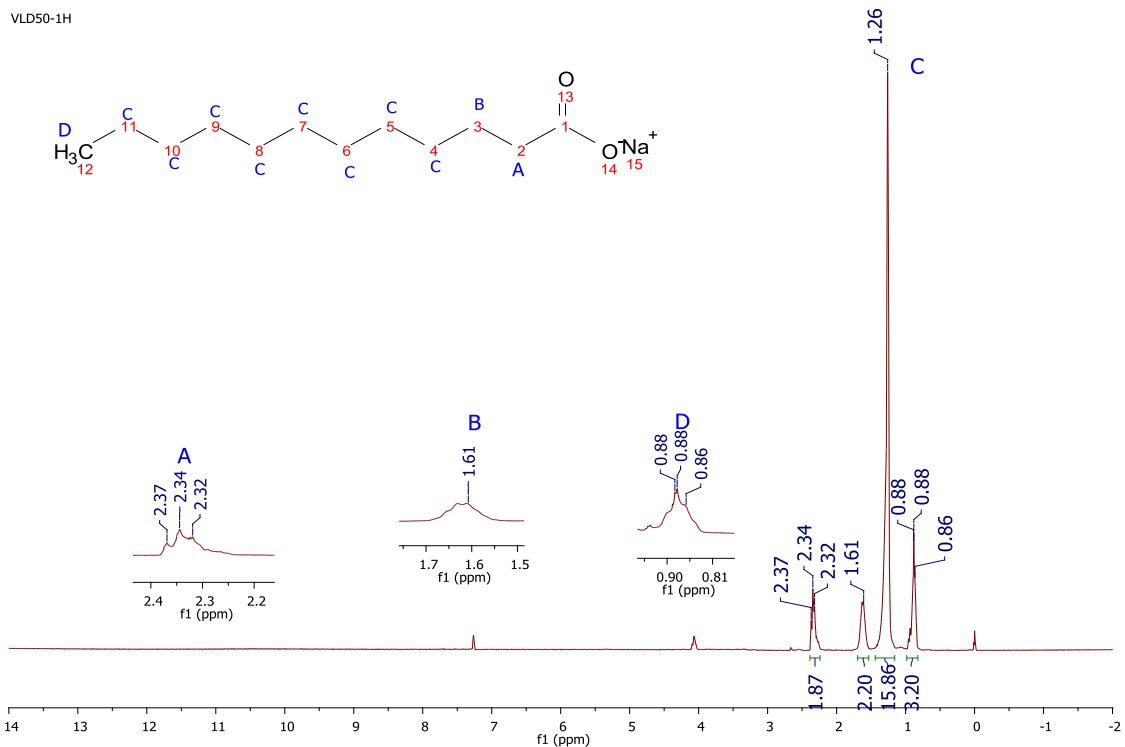
**Anexo 5.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 25 °C. ( $\text{CDCl}_3$ )



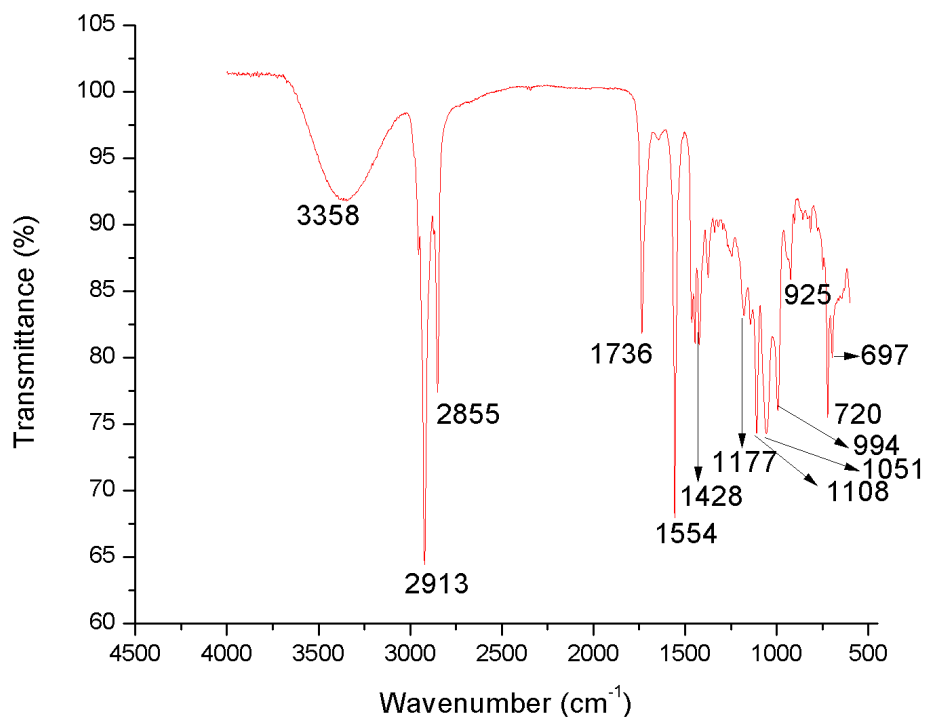
**Anexo 6.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 25 °C. ( $\text{CDCl}_3$ )



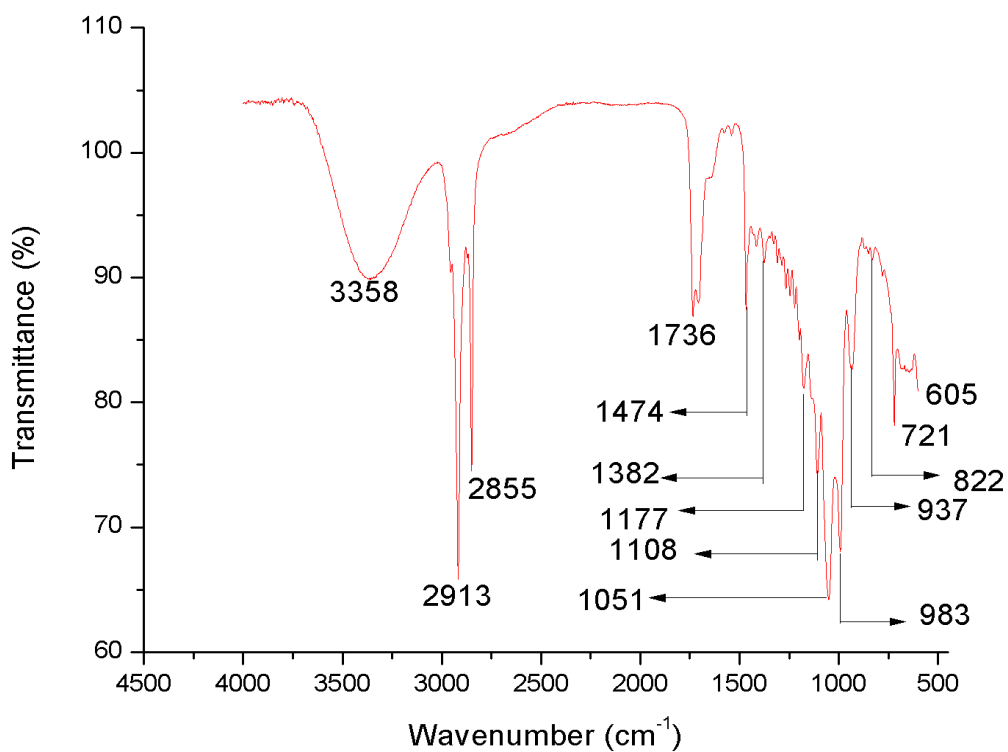
**Anexo 7.** Espectro RMN <sup>13</sup>C a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 50 °C. (CDCl<sub>3</sub>)



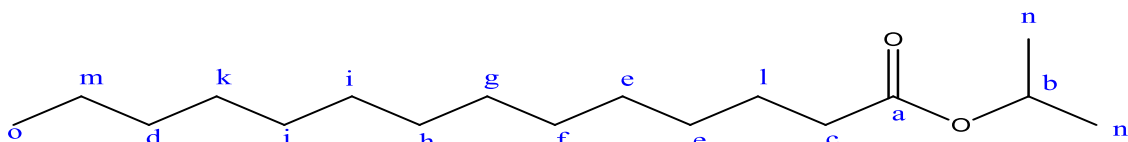
**Anexo 8.** Espectro RMN <sup>1</sup>H a 300MHz del compuesto obtenido de la reacción química del laurato de vinilo y la sacarosa en presencia de DBU, 50 °C. (CDCl<sub>3</sub>)



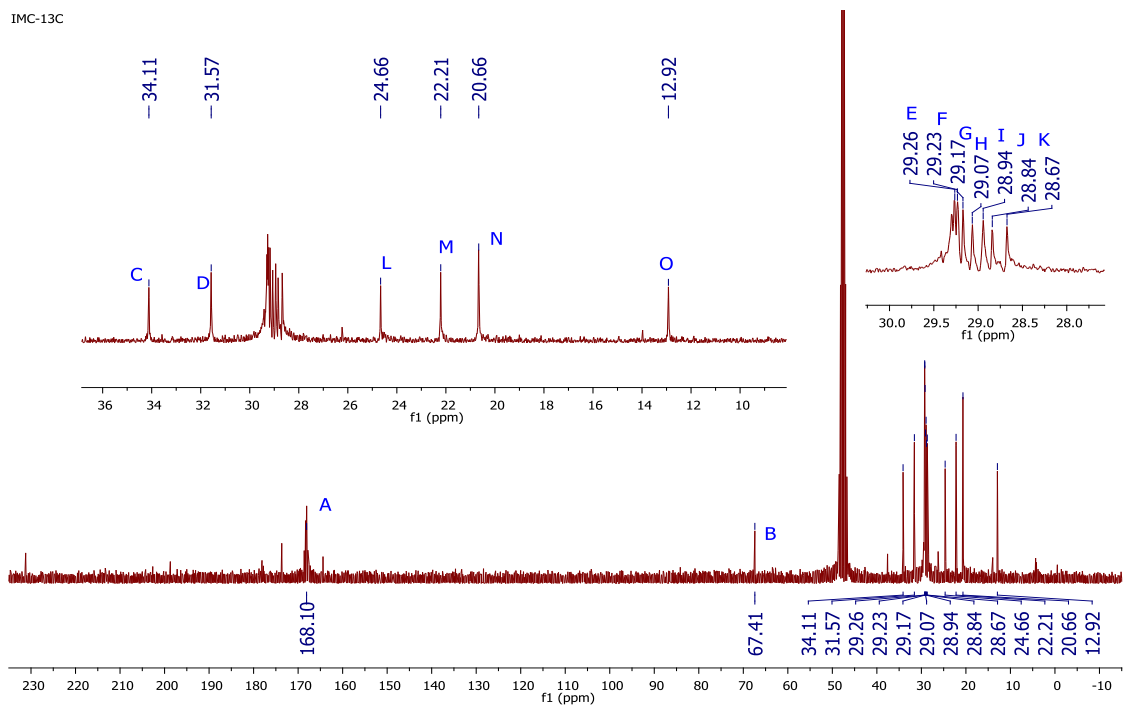
**Anexo 9.** Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .



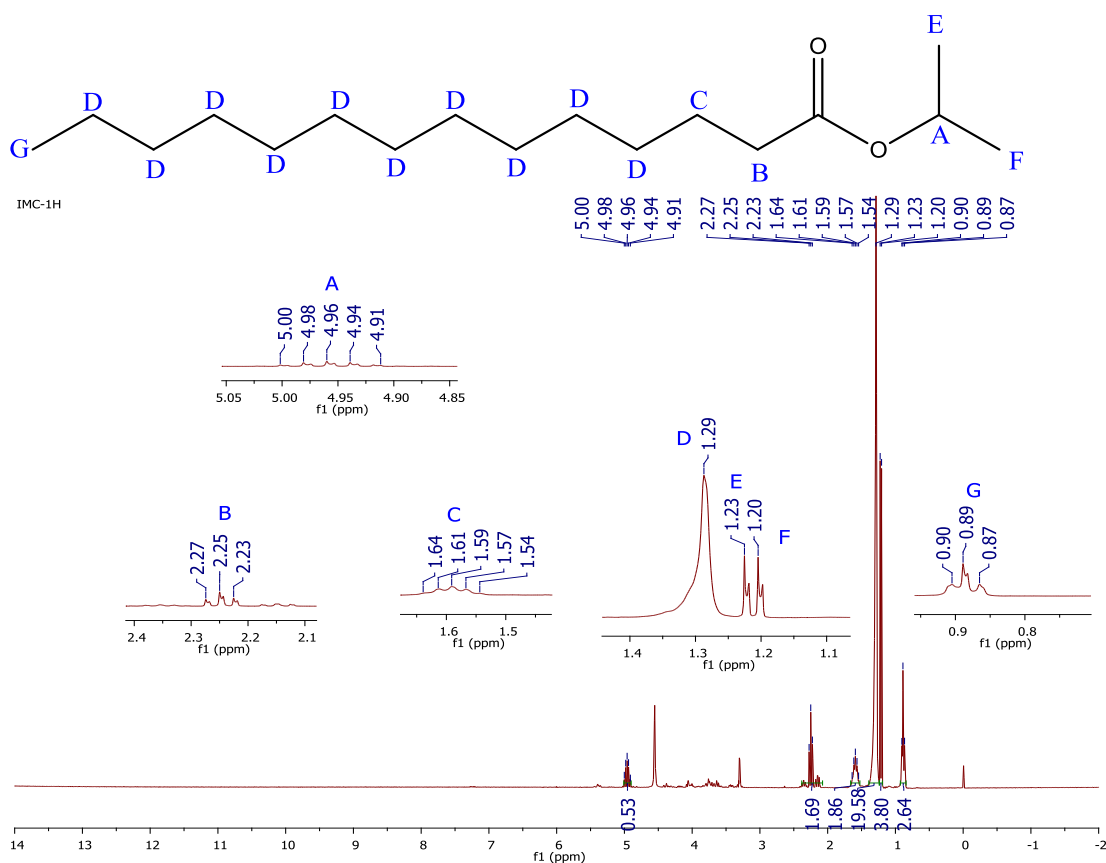
**Anexo 10.** Espectro IR del compuesto obtenido de la reacción química del palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .



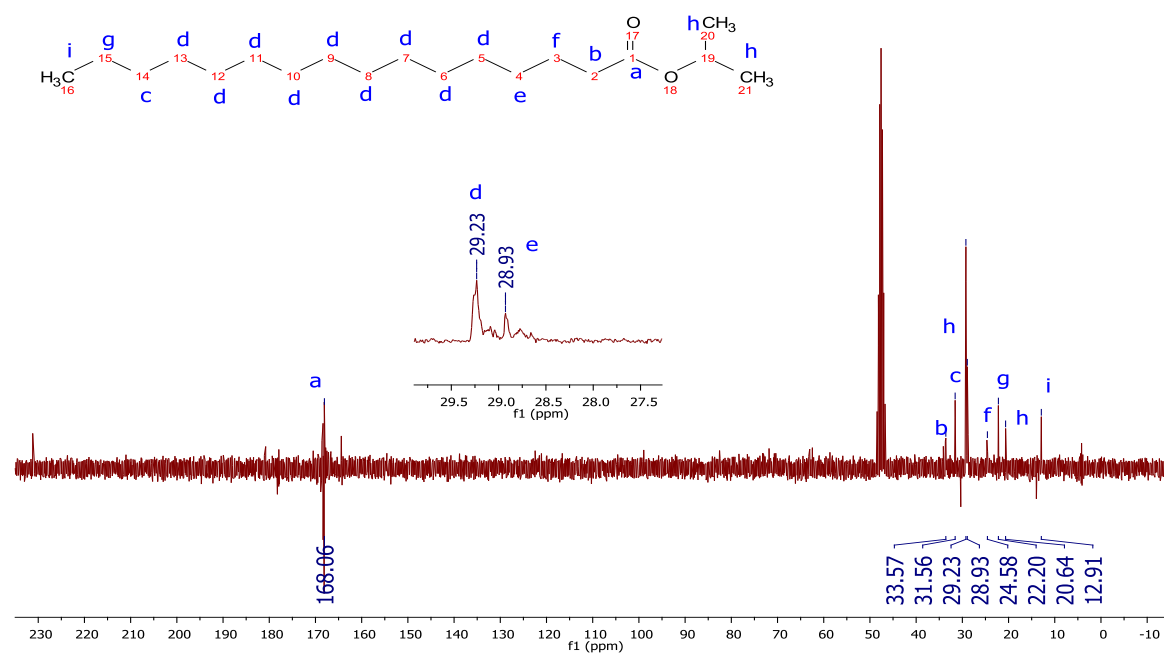
IMC-13C



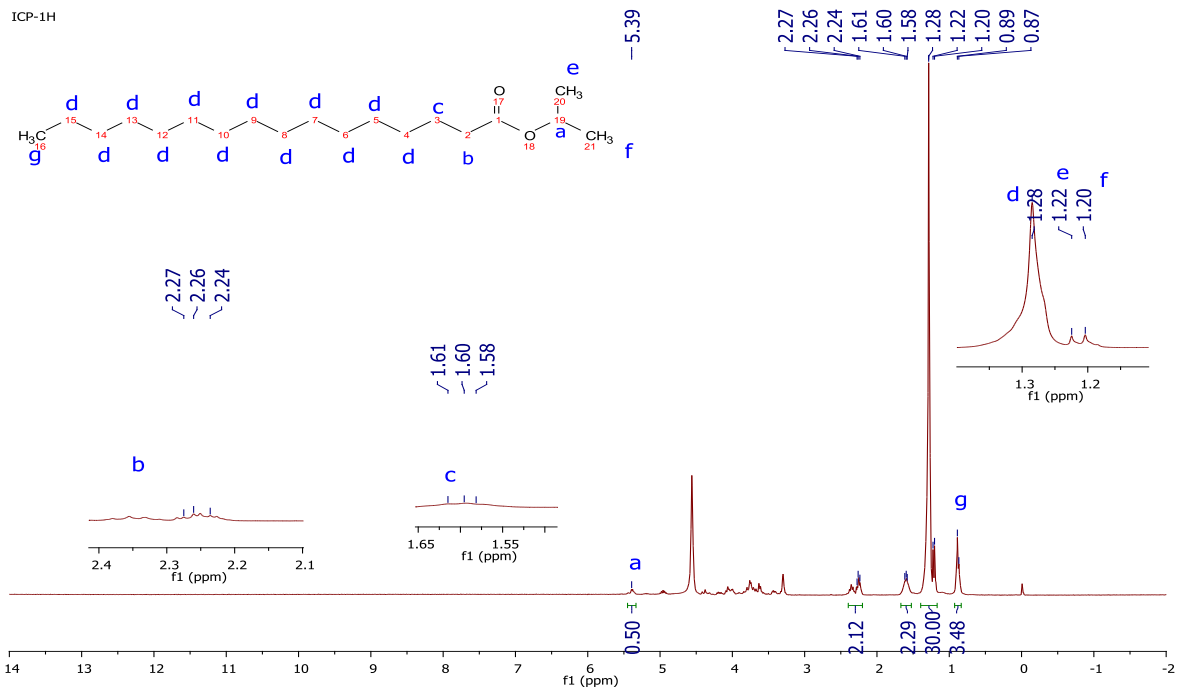
**Anexo 11.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .



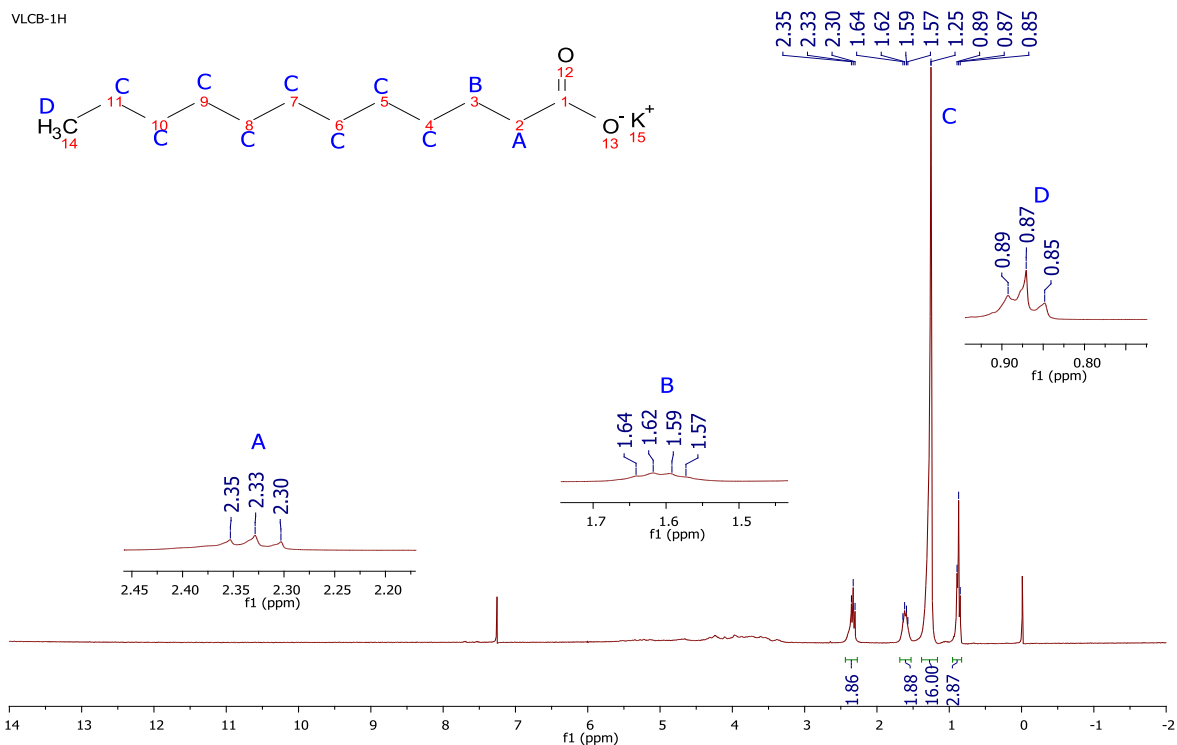
**Anexo 12.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300MHz del compuesto obtenido de la reacción química del miristato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .



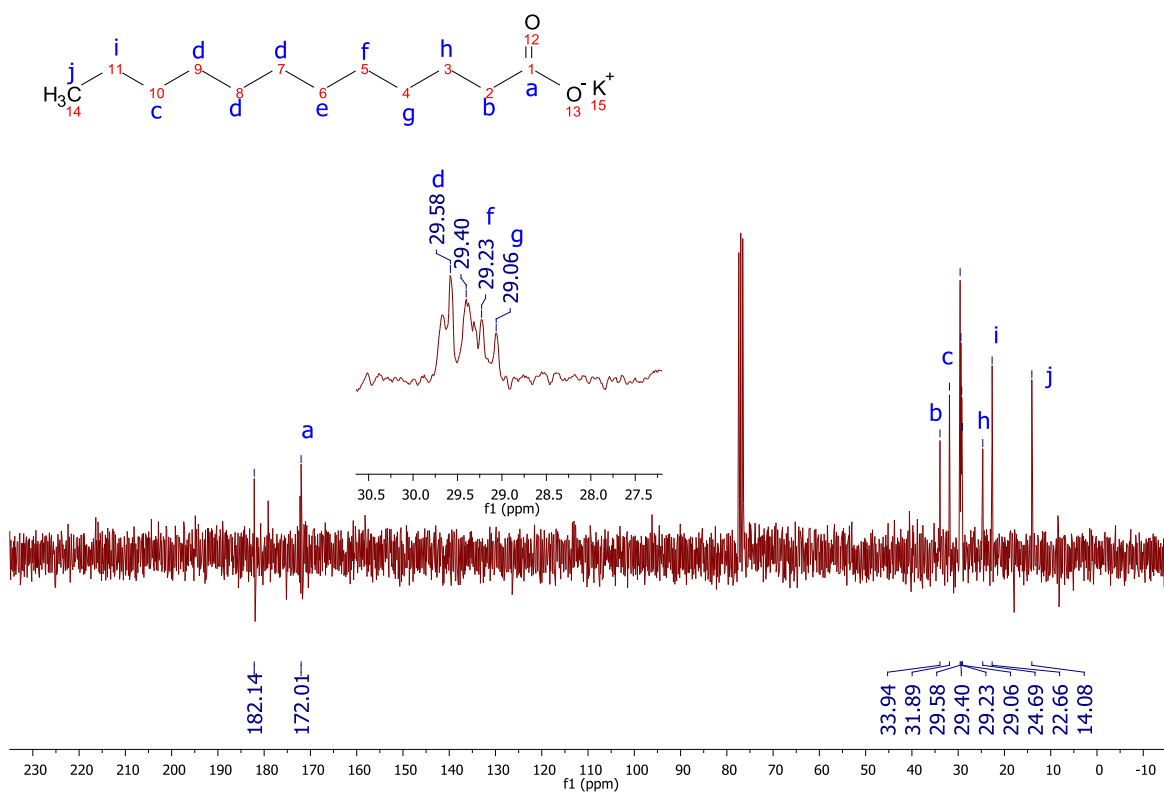
**Anexo 13.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .



**Anexo 14.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300 MHz del compuesto obtenido de la reacción química del palmitato de isopropilo y la sacarosa en presencia de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .



**Anexo 15.** Espectro RMN  $^1\text{H}$  a 300 MHz del laurato de potasio.  $\text{CDCl}_3$

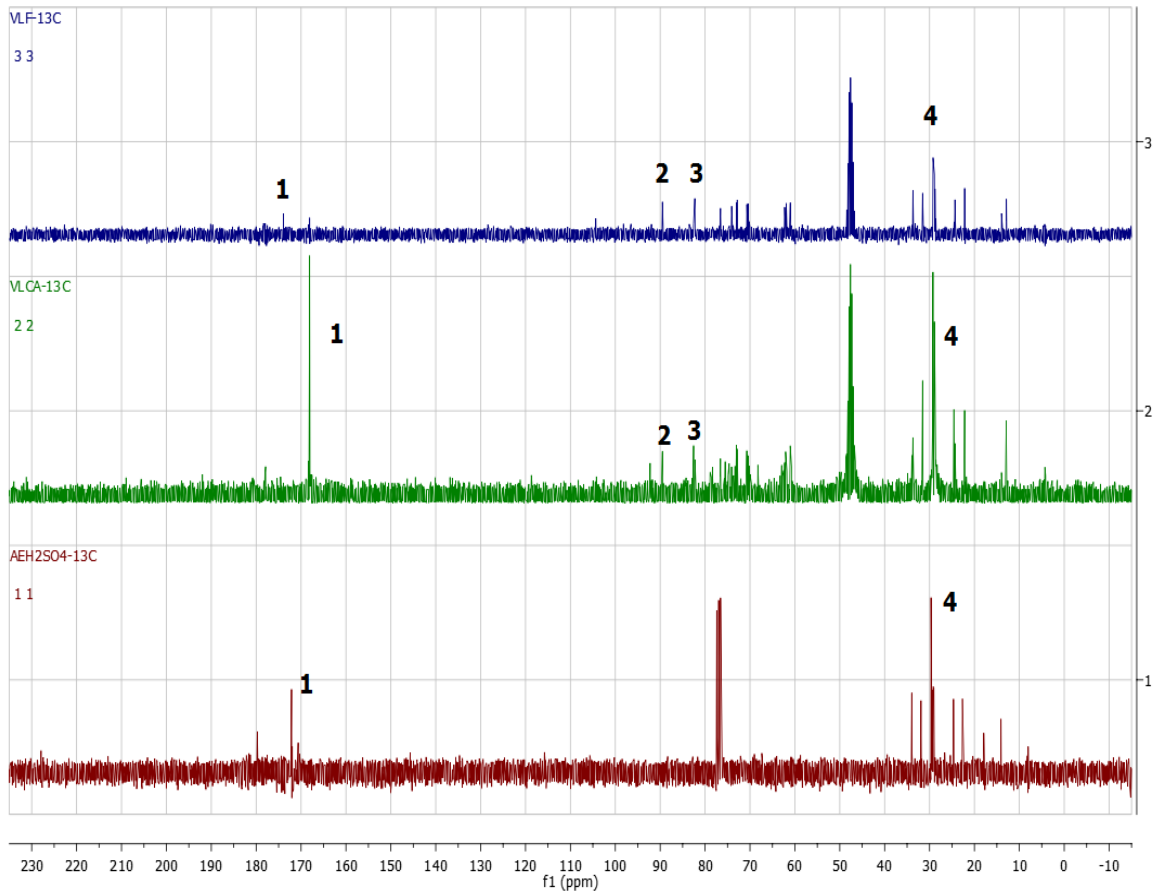


**Anexo 16.** Espectro RMN <sup>13</sup>C a 75 MHz del laurato de potasio. CDCl<sub>3</sub>



<b>Derivado graso</b>	<b>Equivalentes</b>	<b>Equivalentes de sacarosa</b>	<b>Catalizador y temperatura</b>	<b>% Rendimiento</b>
Metil estearato (R=18C)	1	3	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ; 95°C	46 %
Laurato de vinilo (R=12C)	1	2	DBU; 25°C	21 %
	1	3	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ; 95°C	27 %
	1	4	N <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ; 50°C	19 %
Palmitato de isopropilo (R=16C)	1	3	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ; 95°C	30 %
Miristato de isopropilo (R=14C)	1	3	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ; 95°C	43 %

**Anexo 17.** Condiciones experimentales (Transesterificación)



**Anexo 18.** Comparación de espectros RMN  $^{13}\text{C}$  a 75 MHz de los datos más representativos