

PL/H.



MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de introducción por cinco años, por = Procedimiento para la separación de materias volátiles de las difícilmente o no volátiles = a favor del Doctor Ernst W E C - K E R, residente en Heilbronn a/ Neckar (Alemania).-

= / = / = / = / = / = / = / = / = / =

El presente invento tiene por objeto un procedimiento para la separación de materias volátiles de las difícilmente o no volátiles. Con ayuda del procedimiento se pueden retirar, por ejemplo ácidos grasos, de las grasas neutrales separadas de la industria del jabón, así como también de los



ácidos grasos del jabón duro del comercio y además ácidos grasos de los aceites de ballena, así como ácidos grasos de aceites alimenticios y grasas alimenticias. Puede servir además el procedimiento para separar aceites resinosos de las resinas, materias volátiles de los alquitranes de lignito y del carbón de piedra, petróleos brutos y otros.

Se ha propuesto, ya por ejemplo, tratar la grasa neutral, con el fin de separar los ácidos grasos, a una elevada temperatura con un gas permanente indiferente, especialmente con hidrógeno y en este caso dar a la corriente de gas pasada a través una velocidad tal que la expulsión de los ácidos grasos se verifique sin el empleo de un vacío. Se ha propuesto además conducir a través de la materia grasa privada de agua de vapor de agua recalentado mediante el empleo de una presión más baja, por medio de lo cual es por de contado conseguida una reducción de la temperatura de destilación de los ácidos grasos a 90 - 150°. En el marco de este procedimiento deben también poderse emplear en lugar del vapor recalentado gases indiferentes, como por ejemplo hidrógeno o también vapor de agua ordinario de 100° con caldeo suficiente de la grasa tratada.

Un inconveniente de este procedimiento consiste en que para la separación completa de los ácidos grasos es necesario un tratamiento considerablemente largo, a menudo de una duración de horas y que las últimas partes de los ácidos grasos solo pueden separarse siempre mediante pérdida simultánea de grasa neutral y respectivamente mediante fenómenos de descomposición o polimerización, rebajamiento del tono de color y otros fenómenos anejos que indican deterioro de la grasa.



En la destilación del ácido graso, por ejemplo el contenido de grasa neutral de la mezcla grasa, no puede pasar por consiguiente, mas allá del 12 %.

Según el presente invento son evitados estos inconvenientes. En el caso de aceites de un contenido cualquiera de ácidos grasos, es conseguida una separación sin residuos de los mismos mediante evitación de todos los efectos secundarios perjudiciales para la grasa siendo introducidas o insufladas en ella, mediante baja presión, a elevada temperatura, convenientemente a 250 - 280° C, en ácidos grasos fácilmente volátiles líquidos oleaginosos convenientemente calentados por ejemplo a 220 - 250°, tales como agua, benzol, toluol, alcohol, etc, en una división todo lo mas fina posible, convenientemente en forma nebulosa, pudiendo ser empleados en caso dado como medios de transporte gases neutrales, por ejemplo, CO₂, N₂, o mezclas de tales, o vapor recalentado o tambien vapor saturado seco. Las particulas de líquido inyectadas vienen momentaneamente a una violenta expansión en el aceite muy caldeado actuando el aceite sobre las gotas de líquido pulverizado en cierto modo como vaporizador y al mismo tiempo como recalentador para el vapor formado. El resultado de esta vaporización violenta y a modo de explosión del líquido dentro del aceite es una momentanea expulsión y sobre-destilación de los aceites grasos. Los aceites grasos que se desprenden en forma de una niebla espesa tienen una temperatura de 120 á 130°. El efecto descrito es estimulado y acelerado por medio del empleo de un vacío llevado al mayor grado posible de por ejemplo 30 - 40 cm de la columna de mercurio.

Como ventaja especial del nuevo procedimiento hay que añadir que por medio de la forma de tratamiento descrita,



con las materias sobre-destiladas son separadas tambien las partes odorificas, de modo que es conseguida tambien una desodoración completa de los aceites y grasas, y el tratamiento por ejemplo, del aceite de coco, desaparecen de los aceites grasos todas las cetonas mal olientes. Por medio del procedimiento descrito se hace por consiguiente innecesario un tratamiento especial del aceite con el fin de la desodoración del mismo, lo que, comparado con los procedimientos hasta ahora usuales, que exigen un tratamiento de varias horas con vapor recalentado a 140 - 180° con considerable consumo de vapor y de calor representa una gran economía. El presente invento puede ser tambien empleado ventajosamente para la desodoración de aceites y grasas que ya previamente hayan sido desaciduladas, por ejemplo, con ayuda de un procedimiento conocido, por ejemplo, mediante álcalis.

Con el nuevo procedimiento se consigue separar sin residuo los aceites grasos asi como las partes olorosas, en un tiempo mucho mas corto que lo que es posible, por ejemplo por medio de un tratamiento con gases o con el vapor de agua usual muy recalentado. La operación de la desacidulación y desodoración se verifica según el presente procedimiento momentaneamente en las particulas expuestas a la influencia del líquido inyectado y en pocos minutos correspondientemente en la masa total del aceite, de modo que ya despues de unos 5 á 10 minutos de tratamiento constante es conseguido un producto prácticamente privado de ácidos grasos y completamente inodoro, mientras que en los procedimientos conocidos hasta ahora no se puede conseguir el mismo resultado aproximadamente sino hasta despues de un tratamiento de varias horas.

Los aceites y grasas tratados según el presente -



procedimiento no presenta además ninguna clase de efectos per judiciales por ejemplo, no sufre en el calor ni se presentan tampoco ninguna clase de fenómenos de polimerización así como ningún olor acrolínico que pudiera indicar operaciones eventuales de descomposición. El presente procedimiento puede emplearse además en aceites de un contenido cualquiera de ácidos grasos de modo que pueden desacidularse aceites con próximamente un 5 % de ácido graso libre de mismo modo fácil y completo que aceites con un contenido de 50 % o más de ácidos grasos libres. El contenido de ácido del aceite tratado según el presente procedimiento oscila primeramente entre 0,1 á 0,3 % de ácido graso libre, lo que corresponde a una desacidulación prácticamente cuantitativa. Este resultado, como en general la posibilidad de una desacidulación eficaz por medio de la inyección de líquidos es sorprendente porque como es sabido, por ejemplo, la separación de la grasa de la industria saponífera es conseguida entre otros medios por caldeo de la grasa neutral con agua. En el presente procedimiento es por consiguiente completamente otro el efecto del agua finamente pulverizada sobre el aceite muy caldeado mediante el empleo del vacío.

Para la insuflación del agua o niebla líquida se pueden utilizar gases indiferentes, como hidrógeno, ácido carbónico, nitrógeno o también mezclas de tales gases, por ejemplo una mezcla de ácido carbónico y nitrógeno como es obtenida de los gases de escape privados de oxígeno de los hogares de calderas e instalaciones análogas. Además, puede también ser empleado calor recalentado con ventaja como soporte de la niebla de líquido. Especialmente eficaz es también el empleo de vapor saturado húmedo y respectivamente de vapor cargado con



polvo acuoso o vesículas de agua o niebla, de elevada temperatura y convenientemente de temperaturas de 100 á 180° C y empleado a la presión correspondiente y respectivamente una mezcla de vapor recalentado y vapor saturado o recalentado, vapor saturado y polvo líquido, que por ejemplo, puede ser producido en forma conocida por medio de inyección de agua fría previamente calentada en vapor recalentado de elevada tensión. En tal caso, como nuevas experiencias han demostrado, las formas del vapor recalentado y del vapor saturado permanecen corto tiempo unas junto a otras. Por consiguiente, en esta forma de ejecución del procedimiento hay que tener cuidado de que la mezcla de vapor recalentado y del vapor saturado húmedo o de vapor recalentado, vapor saturado y agua y respectivamente niebla líquida, sea insuflada inmediatamente después de o durante su producción, en el material muy caldeado.

Ejemplos de ejecución:

1º - En un recipiente cerrado al vacío y caldeable o en varios de estos recipientes conectados unos detrás de otros, fueron calentados a 280° C y mantenidos a esta temperatura, en total 2 kg. de un aceite de bellota de tierra de un contenido de 13 % de ácido graso. Después de esto, y mediante de simultánea producción de un vacío de aproximadamente 30 mm de la columna de mercurio, fué introducida por medio de un cierto número de toberas de forma apropiada, una corriente de polvo acuoso suspendido en ácido carbónico, convenientemente en estado previamente calentado. Las papillas de ácido graso escapadas en espesas nieblas fueron recogidas en un condensador. Después de un tratamiento de unos 5 á 8 minutos de duración el contenido de ácido graso libre del aceite era aun de 0,2 %.



Regulando convenientemente la entrada y salida del aceite se pudo conducir una corriente de aceite continua a través del aparato, el cual en el lugar de salida mostró constantemente el contenido deseado de 0,2 % de ácido graso.

2º - Grasa de coco con un contenido de aceite graso de 7 % fué calentado correspondientemente al ejemplo 1º a 250º y tratado con una mezcla de vapor de agua de unos 100º y vapor recalentado 130º y 2 1/2 atm. la cual fué formada poco antes del lugar de entrada de la mezcla. La desacidulación de la grasa se realizó ya en unos 3 minutos completamente de modo que su contenido de ácido graso se hizo descender por bajo de 0,1 %.

3º - Aceite de sésamo de 5 % de ácido graso fué calentado como en el ejemplo 1º a 270º y despues de esto tratado con vapor saturado húmedo de 130º y respectivamente con una mezcla de vapor saturado seco ordinario con polvo acuoso durante 8 á 10 minutos. Despues de este tiempo el contenido de ácido graso era aun de proximamente 3 %.

4º - Aceite de linaza de 5 % de ácido graso fué calentado a 270 hasta 280º y despues tratado con vapores de alcohol y gases neutrales durante 30 á 40 minutos. Despues de este tiempo el contenido de ácido graso libre era aun de 0,8 á 1,0 %. Una ventaja especial del procedimiento precedentemente descrito consiste, además de su aplicabilidad para materiales de partida de cualquier contenido de ácido graso y respectivamente de cualquier contenido de otras partes componentes volátiles que se hayan de separar y además de la aceleración del efecto producida, en que las mezclas que se han de purificar o que se han de secar, se pueden conducir y tratar en corriente continua a través del aparato..



Para conseguir los efectos de purificación o separación mas amplios y rápidos posibles, es conveniente proveer las dimensiones y respectivamente la capacidad de los elementos de la instalación y especialmente las vasijas de mezcla o recipientes de reacción, de calefacción exterior, por ejemplo por medio de baños metálicos, como baños de cinc o plomo, calefacción por vapor etc.

Puede ser ventajoso poner cuidado en la buena mezcla de la niebla líquida introducida, con las materias que se han de tratar, por ejemplo, por la disposición de órganos repartidores en las vasijas de reacción, por ejemplo, de superficies elásticas alternativamente superpuestas unas sobre otras o disposición de la repartición de cuerpos de relleno elevadores, como anillos Raschig, etc, y además por medio de la subdivisión de las vasijas de reacción en cámaras que comiñiquen entre si.

En lugar de disponer diferentes vasijas de reacción conectadas unas detras de otras, se puede tambien emplear una o varias cámaras de reacción construidas por ejemplo en forma tubular con o sin órganos de distribución, cuerpos de relleno etc, dispuestos dentro de los mismos a través de los cuales puede ser conducido el aceite y el vapor de mezcla en contracorriente mutua. Puede ser ventajoso proceder por ejemplo de modo que a través del tubo de reacción, lleno por ejemplo de anillos Raschig, sea conducido el vapor de mezcla desde abajo hacia arriba, mientras que el aceite que se ha de tratar corre de arriba a abajo.

En muchos casos, por ejemplo, en el empleo de productos de partida de gran contenido de resina, como por ejemplo, aceite de algodón, puede ser combinado ventajosamente el



procedimiento descrito con otras disposiciones, como por ejemplo, en los procedimientos alcalinos conocidos.

Además se ha demostrado que el procedimiento puede emplearse con el mayor éxito para la refinación de aceites y grasas, por ejemplo por medio de precipitación de partes componentes no destilables. Así por ejemplo, en aceites alimenticios, el aceite de sésamo, el aceite de bellota de tierra, se consigue un perfeccionamiento del color y respectivamente una clarificación. En los mencionados aceites se produce en el curso del tratamiento, tal vez en virtud del efecto de expansión de las partículas líquidas momentáneamente vaporizadas un esparcimiento de las materias colorantes que puedan estar disueltas coloidalmente, como clorofila, flavafeno, etc. En los procedimientos conocidos hasta ahora, por ejemplo en el procedimiento conocido de desodoración con vapor de agua recalentado no se puede observar un efecto tal. La precipitación de las partes componentes disueltas coloidalmente, como materias colorantes, etc, es acelerada y reforzada por medio de la presencia de materias que se coagulen a temperatura mas elevada con o sin deshidración o carbonización parcial, por ejemplo de materias albuminosas, pectinas, etc, como las que existen siempre en los aceites brutos. Verosimilmente este efecto se funda en que las materias albuminosas, etc, que se coagulan arrastran consigo en su esparcimiento a las materias colorantes disueltas coloidalmente por medio de lo cual es suspendido el estado coloidal de las materias colorantes.

El procedimiento puede tambien emplearse con éxito en aceites previamente tratados y respectivamente ya desacidulados con el fin de precipitar las partes componentes disueltas coloidalmente y conduce tambien al fin, cuando en los



aceites desacidulados, al principio del tratamiento de precipitación no eran ya contenidas ningunas materias coagulables. En este último caso puede ser acelerado y respectivamente reforzado el esparcimiento de las materias colorantes disueltas coloidalmente por medio de la adición de materias que coagulen o sometidas a una deshidratación o carbonización parcial, como por ejemplo, albúmina, pectina, etc.

En muchos casos, con el presente procedimiento puede verificarse ventajosamente una influencia química de las materias tratadas, de tal manera que agentes químicos sean introducidos y respectivamente pulverizados juntos con los vapores y nieblas líquidas o ser añadidos ya previamente a los aceites o grasas. Así por ejemplo puede ser favorablemente influido el color del aceite y grasa introduciendo en el mismo, al mismo tiempo que las nieblas líquidas, peróxido de hidrógeno o anhídrido sulfuroso, en la forma indicada. Además, en casos dados puede ser ventajosa la adición de reactivos que actúen catalíticamente, antes de o durante el tratamiento, a los aceites o grasas, así por ejemplo, en el aceite de linaza, la de catalizadores que estimulen la formación del barniz. Un empleo especial resulta para el procedimiento del invento en la fabricación de jabones, estearina y oleina, que las grasas neutrales, como el ester de glicerina sean separados todo lo mas ampliamente posible, en glicerina y ácido graso, en el cual caso la glicerina es separada por lavado y la mezcla de, por ejemplo, 85 % de ácido graso y 15 % de grasa neutral no separada es sometida a la destilación del ácido graso usual para obtener el ácido graso neutral-libre. En esta destilación una parte del ácido graso y especialmente de la grasa neutral es descompuesta pirogenicamente, de modo



que se forma la llamada pez de estearina como producto secundario residual con la acroleina y otros productos de la descomposición pirogénica. Se estaba por consiguiente obligado a realizar la separación de la grasa todo lo mas ampliamente posible, porque la parte neutral siempre existente de la grasa perjudica mucho a la destilación y al mismo producto de la destilación. La separación de la grasa es sin embargo tanto mas entretenida y cara cuanto mas completa ha de ser la separación.

Estos inconvenientes pueden evitarse en el empleo de nuevo procedimiento para la separación del ácido graso de la grasa neutral en el marco de las fabricaciones mencionadas. Se puede con este fin trabajar de tal manera que la separación de la grasa solo sea llevada a un grado mas reducido que el que es usual hasta ahora, por ejemplo a proxiamamente el 70 % de ácidos grasos libres, en el cual caso los ácidos son separados con ayuda del procedimiento del invento con protección de la grasa neutral y respectivamente mediante evitación de la descomposición pirogénica de la misma, con la disposición de que la grasa neutral restante sea vuelta a ser sometida al procedimiento de separación.

N O T A.

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como no practicado en España, son las siguientes reivindicaciones:

1.^a- Procedimiento para la separación de materias volátiles de las dificilmente o no volátiles, por ejemplo, de ácidos grasos, materias que den sabor u olor, de aceites o



grasas, caracterizado porque la materia que ha de tratarse, caldeada a elevada temperatura, (en ácidos grasos, por ejemplo, convenientemente a 220 - 280°) y que está bajo una presión baja, por ejemplo de 30 á 40 mm de la columna de mercurio, son introducidos líquidos apropiados como agua, benzol toluol, alcohol, etc, en división fina, ventajosamente en forma de niebla y convenientemente en estado previamente calentado.

2.^a- Procedimiento según la conclusión 1, caracterizado porque como soportes de los líquidos finamente divididos son empleados gases neutrales como hidrógeno, ácido carbónico, nitrógeno o vapor recalentado o mezclas de tales gases convenientemente con temperatura elevada.

3.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 y 2, caracterizado porque como soportes de los líquidos finamente divididos es empleada una mezcla que contiene ácido carbónico y nitrógeno, la cual es obtenida de los gases privados del oxígeno de los hogares de calderas, e instalaciones análogas.

4.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 3, caracterizado porque son empleados los vapores saturados húmedos de líquidos apropiados o su mezcla con vapores recalentados o gases neutrales.

5.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 4, caracterizado porque los productos que han de ser tratados, por ejemplo, los aceites o grasas, son conducidos en corriente continua a través de una o varias vasijas de reacción conectadas por ejemplo, unas detrás de otras y en caso dado dotadas de órganos de distribución, cuerpos de relleno de distribución, etc, y mediante una regulación de la velocidad tal



que los productos que corren son prácticamente privados de las partes volátiles.

6.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 5, caracterizado porque las materias que han de ser tratadas y la niebla líquida son conducidas en contra-corriente mutua a través de la o las vasijas de reacción de forma tubular.

7.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 6, para la refinación de grasas y aceites por medio de la precipitación de las partes componentes no destilables existentes por ejemplo en estado coloidal, como por ejemplo las materias colorantes.

8.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 7, caracterizado porque el tratamiento de las grasa y aceites se verifica mediante adición de materias coagulables o sometidas a una deshidratación o a una carbonización parcial, por ejemplo de materias albuminosas, pectinas, etc.

9.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 8, caracterizado porque con el fin de la influencia química simultánea de las materias que han de ser tratadas son pulverizadas con las nieblas de vapor y líquidos o son ya previamente añadidos a las materias que se han de tratar, agentes químicos, por ejemplo peróxido de hidrógeno o anhídrido sulfuroso con el fin de perfeccionar el color de los aceites y grasas.

10.^a- Procedimiento según las conclusiones 1 á 9, caracterizado porque en la fabricación de jabones, estearina y oleina, la separación de las grasas neutrales solo es llevada hasta un grado relativamente reducido, por ejemplo solo a un 70 % de ácido graso libre y en el cual caso los ácidos gra -



Los son obtenidos según las conclusiones 1 á 9, con la disposición de que la parte neutra separada vuelve a ser sometida a la separación.

11.^a.- Procedimiento para la separación de materias volátiles de las difícilmente o no volátiles.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de catorce páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid, a 2 de junio de 1926.

Leocadio López y López.-

P.P./