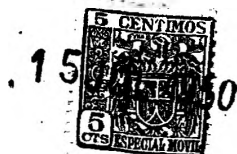


1 93 93 0



193930

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

.15 JUL. 1950

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de EASTMAN KODAK COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 343 State Street, Rochester, Nueva York, E.U.A., por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA CONVERSION VIRTUALMENTE COMPLETA DE MATERIAL GRASO EN ESTER PARCIAL "-

Este invento se refiere a un procedimiento de tratar material graso y concierne particularmente a un procedimiento de efectuar la conversión de material graso en un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente.-

5 Los esteres parciales de ácido graso de alcoholes polivalentes se preparan haciendo reaccionar material graso con



193930

un alcohol en presencia de un catalizador de intercambio de ester.-

Un objeto del invento es el de crear un procedimiento, comercialmente factible, para preparar esteres parciales de ácido graso de alcoholes polivalentes en el cual se efectúa una conversión virtualmente completa de material graso a ester parcial.-

Otro objeto del invento es el de crear un procedimiento por el cual el catalizador de intercambio de ester se retiene en la forma activa durante todo el proceso.-

Otro objeto del invento es el de crear un proceso cíclico de preparar monoesteres y, en particular, monoglicéridos, con elevados rendimientos.-

De acuerdo con el presente invento, un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente comprende hacer reaccionar material graso y alcohol polivalente en presencia de un catalizador de intercambio de ester en condiciones que determinen la formación sustancial de un ester parcial en la composición resultante de la reacción, separar dicho ester parcial de dicha composición mientras dicho catalizador está en forma activa extendiendo dicha composición en una película delgada y destilando al vacío dicho ester parcial de dicha película de composición a una temperatura esencialmente inferior a la de descomposición de dicho catalizador activo, dejando un residuo de destilación que contiene dicho catalizador, completar dicho residuo de destilación con material graso adicional y alcohol polivalente y repetir



50

1 93 930

dicho proceso al menos hasta que la cantidad de dicho ester parcial que está siendo desfilado de dicha composición sea virtualmente igual a la cantidad de dicho material graso que está siendo añadida a dicho residuo.-

5 El invento quedará ilustrado mejor por la referencia a una realización en la cual un aceite graso, tal como aceite de soja, es convertido en monoglicérido haciendo reaccionar el aceite de soja con glicerina en presencia de un catalizador de intercambio de ester.-

10 Al convertir aceite de soja en monoglicérido, de acuerdo con este invento, una cantidad predeterminada del aceite se mezcla con un exceso de glicerina y con un catalizador de intercambio de ester.- La cantidad de glicerina empleada para la alcoholisis del aceite puede variarse; y, aunque pueden usarse cantidades estequiométricas o menores, es preferible usar un exceso de glicerina para la conversión óptima del  
15 aceite a monoglicérido.- El material graso convertible del aceite de soja consiste principalmente en compuestos de ácido graso presentes como ácido graso libre o esteres de ácido graso, particularmente triglicéridos, y la cantidad de glicerina  
20 usada se calcula por la cantidad de material graso convertible presente en el aceite calculada como ácido graso.- Así, puede usarse la glicerina en cantidades estequiométricas o menores, pero es preferible emplearla en, al menos, un exceso de  
25 40% sobre las cantidades estequiométricas y, en muchos casos, en un exceso de tanto como 200% o más.-

La alcoholisis se realiza en presencia de un catali-



158 80

193930

zador de intercambio de ester, que favorezca la alcoholisis o esterificación.- Los catalizadores adecuados de intercambio de ester incluyen cualquiera de los catalizadores alcalinos o ácidos bien conocidos, que no destilen simultáneamente con el ester parcial deseado.- Los catalizadores empleados deseablemente en la alcoholisis de aceite de soja o aceite vegetal similar u otro material graso son los compuestos metalicos que reaccionan con el ácido graso presente en la mezcla de reacción para formar un jabón metalico que opera como catalizador de intercambio de ester.- Compuestos metalicos particularmente adecuados son los oxidos e hidróxidos de los metales alcalinos y de los alcalino-térreos y, deseablemente, los compuestos de metal bivalente.- Así, aunque pueden emplearse compuestos de metal monovalente, como el hidróxido sódico, el metilato sódico, el carbonato sódico y similares, se obtienen resultados particularmente eficaces por adición a la mezcla de reacción de compuestos de metal bivalente tales como el óxido de estroncio, óxido de calcio, hidróxido de calcio, hidróxido de estroncio, xodio de bario y similares.- Los compuestos de estroncio son materiales cataliticos particularmente deseables a causa del rendimiento incrementado en ester parcial y de su marcada capacidad para impedir la formación de cuerpos de color durante el proceso.- La ausencia de formación de cuerpos de color es de importancia particular en el proceso cíclico y particularmente en un proceso de circulación continua, ya que los cuerpos de color formados en el proceso se acumularían de otro modo en el sistema contaminarían el producto.-



193930

La cantidad de catalizador puede variarse de acuerdo con la práctica bien conocida, por ejemplo, desde 0,01 mol a 0,5 mol de catalizador por equivalente de material graso en la reacción.-

5 La mezcla resultante de aceite de soja, glicerina y catalizador, se hace reaccionar luego para producir la alcoholisis del material graso y la formación de cantidades sustanciales de ester parcial, con inclusión del monoglicérido.-

10 La temperatura a la cual se lleva a cabo la reacción puede variar desde unos 200 C hasta unos 300 C, dependiendo de los materiales en tratamiento.- Es necesario, sin embargo, que la

temperatura mínima de reacción sea suficiente para producir la formación sustancial del ester parcial deseado y es deseable realizar la reacción en condiciones eficaces para producir la

15 formación sustancialmente máxima del ester parcial deseado en la composición resultante de la reacción.- En el caso de alcoholisis de aceite de soja, se inicia la formación sustancial de monoglicérido por encima de unos 180 C, pero deseablemente la reacción se efectúa a una temperatura de más de unos 230 C.-

20 La alcoholisis de aceite de soja se lleva a cabo con preferencia por encima de la temperatura mínima de reacción a la cual se obtienen cantidades máximas de monoglicérido y, deseablemente, en la gama de sustancialmente 250 C a 260 C, aunque la reacción se efectúa satisfactoriamente a una temperatura de en

25 esencia 180-200 C, con tiempos de reacción más largos.-  
Una vez efectuada la reacción, el monoglicérido formado en la misma es separado de la composición resultante de



1 93 93 0

ella mientras la composición contiene el catalizador en forma activa.- Durante la reacción, la composición alcanza una concentración de equilibrio entre el alcohol, el material graso convertible y el ester parcial formado por la reacción.- El sistema de equilibrio alcanzado en condiciones de reacción es, sin embargo, un equilibrio dinámico.- Un cambio en las proporciones relativas de los componentes en la composición determina un desplazamiento del equilibrio para tomar un nuevo estado metaestable.- Así, por ejemplo, la separación de alcohol de la composición por separación de fase u otros medios causa la iniciación de la reversión del ester parcial con lo cual es puesto en libertad más alcohol para que ocupe el lugar del alcohol separado de la composición.- La velocidad de reversión del ester parcial es función del cambio en la concentración del alcohol, la temperatura de la composición y la presencia de catalizador.- Las temperaturas elevadas y la presencia de catalizador activo aceleran en general la reversión.- La disminución de la temperatura, sin embargo, hace que se separe alcohol de la fase aceite y cambia radicalmente la composición del sistema.-

La relación mutua de la concentración, la temperatura y el catalizador determina el intervalo de tiempo necesario para que se efectúe la reversión sustancial de ester parcial, y el intervalo de tiempo, para cualquier combinación dada de condiciones, que transcurre antes de que ocurra la reversión sustancial del ester parcial a una forma de ester más estable es denominado intervalo de tiempo de reversión.-

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



15  
193930

Para ilustrar qué se entiende por intervalos de tiempo de reversión, si aceite de soja y glicerina se hacen reaccionar a temperaturas elevadas en presencia de catalizador activo, se obtiene un sistema de equilibrio.- Si la temperatura se mantiene a la temperatura final de la reacción y la concentración de los componentes del sistema se mantiene constante impidiendo pérdidas, descomposición o separación de fases de los componentes, el sistema se mantiene en equilibrio estático durante un intervalo de tiempo indefinido.-

10 Cuando el sistema se enfría, sin embargo, la glicerina se separa de la composición de reacción y se inicia la reversión del ester parcial.- La temperatura disminuida retarda la reversión y cuando la composición se enfría rápidamente, por ejemplo, desde una temperatura de reacción de 260° C., a una temperatura de 100° C., el intervalo de tiempo de reversión será de varias horas.- Así, por ejemplo, no ocurre el 10% de reversión en menos de unas 8 horas a 100° C.

15 Cuando se efectúa destilación, sin embargo, la separación desde el sistema de glicerina o ester parcial, o de ambos, aporta grandemente el intervalo de tiempo de reversión por las temperaturas elevadas empleadas.- La reversión sustancial del orden de 10% o más ocurrirá en diez minutos cuando la destilación monoglicérido se efectúa desde una composición empobrecida en glicerina a una temperatura de 200° C., y ocurrirá al menos 10% de reversión en condiciones de destilación a una temperatura superior a unos 230° C., en unos 5 minutos.-



193930

Se ha descubierto que en el procedimiento de este invento, la separación del éster parcial debe efectuarse durante el intervalo de tiempo de reversión para obtener rendimientos óptimos.- A causa del intervalo de tiempo de reversión acortado a temperaturas elevadas, se descubrió que la separación del alcohol y de éster parcial debe efectuarse simultáneamente o que la separación del éster parcial desde una composición libertada de una parte considerable de su alcohol no reaccionado debe ser efectuada rápidamente si ha de evitarse una reversión sustancial.-

Se ha descubierto que tal separación de éster parcial se efectúa con éxito extendiendo la composición, que contiene éster parcial y catalizador activo, en una delgada película a una temperatura inferior a la descomposición del catalizador y sometiendo la película a vacío eficaz para destilar éster parcial desde la misma.- Esto está en contraposición a la destilación de vacío del tipo de reborta donde el intervalo de tiempo de reversión es excedido antes de que se efectúe la separación y ocurre una reversión objeccionable.-

Así, para conseguir rendimientos óptimos, el monoglicérido presente en una composición resultante de alcoholisis de aceite de soja con glicerina en presencia de catalizador de intercambio de éster, se separa de la composición, antes de que haya transcurrido el intervalo de tiempo de reversión, por destilación en vacío desde una delgada película dejando un residuo de destilación que contiene el catalizador en forma activa.

Esta separación se efectúa manteniendo la composición



193930

5  
10  
15  
20  
25

resultante de la reacción en esencia a temperatura de reacción y extendiendo porciones sucesivas sobre una superficie evaporadora mantenida bajo vacío de modo que se evapore de golpe monoéster y glicerina, simultánea y rápidamente.- Alternativamente, la composición se enfría para dejar que se separe la glicerina de la composición y se separe por decantación de fase después de lo cual el monoéster y cualquier glicerina remanente se destilan simultáneamente con rapidez desde la composición empobrecida en glicerina por evaporación rápida desde una película como se ha expuesto en lo que antecede dentro del intervalo de tiempo de reversión.-

15  
20  
25

En la separación preferida, la separación se efectúa dentro del intervalo de tiempo de reversión enfriando la composición de reacción a unos 100° C., haciendo que una proporción considerable de la glicerina no reaccionada se separe desde la composición, separando las capas así obtenidas por decantación de fase, destilando luego al vacío esencialmente toda la glicerina residual remanente en la composición desde la misma por destilación al vacío de incrementos sucesivos de la composición empobrecida en glicerina en forma de película en condiciones ineficaces para destilar en esencia monoglicérido desde la misma, y sometiendo luego progresivamente incrementos sucesivos de la composición resultante, esencialmente libre de glicerina, a destilación en vacío desde una delgada película en condiciones eficaces para destilar monoéster de la misma.-

Así, la separación del éster deseado se efectúa, mien-



15 JUN 1954

193930

5        tras la composición contiene el catalizador en forma activa y sin reversión sustancial del ester parcial durante la separación, extendiéndose la composición obtenida de la reacción en película delgada sobre una su superficie evaporadora, manteniendo la película a una temperatura esencialmente inferior a la de descomposición del catalizador empleado y sometiendo la película a un vacío eficaz para destilar monoglicérido desde la misma dejando un residuo de destilación que contiene en esencia todo el catalizador original todavía en forma activa.-

10        El ester parcial destilado de la película se condensa y enfría en esencia inmediatamente de ser destilado de la película de modo que toda la separación se efectúa durante un intervalo de tiempo insuficiente para efectuar una reversión sustancial del ester parcial.-

15        La destilación del monoglicérido u otro ester parcial se efectúa fácilmente de este modo en un corto tiempo ya que, debido a la delgadez de la capa que se está destilando, sustancialmente todas las moléculas de monoglicérido encuentran fácil su camino a la superficie de destilación y escapan de la película calentada.- Así, ninguna parte de la composición es sometida a recalentamientos locales objeccionables ni mantenida a temperatura elevada durante un periodo prolongado de tiempo.-

25        La destilación se efectúa con preferencia haciendo que incrementos pequeños sucesivos de la composición que se está destilando fluyan a lo largo de una superficie evaporadora de modo que la destilación de cualquier incremento dado



193930

quede terminada en un tiempo menor de aproximadamente 5 minutos.- Es deseable emplear una destilación centrífuga de trayecto esencialmente ininterrumpido de alto vacío para efectuar la separación de monoglicérido con lo cual pueden destilarse cantidades de monoglicérido relativamente grandes en un tiempo relativamente corto.- En el caso de tal destilación centrífuga de alto vacío, el periodo de destilación total por cualquier incremento dado de la composición es menor de un minuto y, usualmente de solo unos pocos segundos.- Con destilación tan rápida, el intervalo de tiempo de reversión no se excede, incluso con catalizador activo presente en el material que se destila.- Así, la destilación de monoglicérido puede efectuarse desde una composición que contenga catalizador activo a temperaturas del orden de 130-200º C., y, con preferencia, se emplean temperaturas de destilación inferiores a 225º C.-

La destilación se realiza en condiciones eficaces para destilar moleculamente el monoglicérido.- La presión empleada debe ser eficaz para determinar la destilación del ester parcial deseado desde la película de material en destilación a la temperatura empleada.- En la mayoría de los casos, es deseable emplear un vacío inferior a unas 100 micras y con preferencia inferior a unas 50 micras de mercurio con presiones del orden de 1-20 micras o menores, deseablemente.-

Si se desea obtener monoglicérido esencialmente exento de alcohol, la glicerina no reaccionada de la composición resultante de la reacción se separa antes de la destilación



15

1 93 930

en vacío del monoglicérido.- Los alcoholes tales como las glicerina, pueden separarse, al menos parcialmente, de la mezcla de reacción con aceites grasos, tales como aceite de soja, por enfriamiento y dejando que la composición de reacción repose durante un corto tiempo y se separe en capas con lo cual puede retirarse una parte considerable de la glicerina no reaccionada.-

La glicerina no reaccionada remanente es separada luego de la composición sometiendo la composición a destilación en película bajo alto vacío en condiciones eficaces para destilar la glicerina sin destilar una cantidad sustancial de monoglicérido.-

La composición resultante, exenta de glicerina, se destila luego bajo vacío con lo cual se obtiene como destilado monoglicérido esencialmente libre de catalizador y que contiene menos de 1% de glicerina, dejando un residuo de destilación que comprende catalizador activo y aceite no reaccionado que consiste en esencia en di- y tri-glicéridos en el caso de aceites tales como el de soja.-

El residuo de destilación se combina entonces de nuevo con la glicerina no reaccionada previamente separada del mismo, completándose la mezcla resultante con aceite y glicerina adicionales y se repite el proceso.- Estas etapas sucesivas se repiten hasta que la cantidad de monoglicérido que se está recuperando como destilado sea esencialmente equivalente a la cantidad de material graso convertible que se está añadiendo, con lo cual se efectúa una conversión vir-



1 93 930

5 tualmente completa el aceite a monoglicérido.- El catali-  
zador activo se devuelve al ciclo repetidamente y es neces-  
ario solamente añadir cantidades complementarias de aceite y  
glicerina a dicho ciclo.- La cantidad de catalizador queda  
esencialmente constante sin completarlo esencialmente aunque  
pueden añadirse pequeñas cantidades, si es necesario, para  
compensar las pérdidas que puedan ocurrir durante la devolu-  
ción al ciclo.-

10 Así, por medio de este invento, se hace posible la  
producción en cantidad de monoglicérido puro empleando solo  
una pequeña cantidad inicial de catalizador y convirtiendo  
en esencia todo el material graso en tratamiento en monoglicé-  
rido y recuperando el monoglicérido en estado esencialmente  
libre de catalizador y glicerina.-

15 Cualquiera de los esteres parciales preparados por  
la alcoholisis de material graso puede separarse de acuerdo  
con este invento.- El material graso convertido puede ser  
cualquiera de los compuestos de ácidos grasos naturales o sin-  
téticos incluyendo los ácidos grasos o los esteres de ácidos  
20 grasos o mezclas de los mismos e incluyendo grasas sólidas o  
líquidas y aceites grasos.- Los compuestos de ácido graso  
son con preferencia aquellos materiales grasos que tienen  
desde aproximadamente doce a aproximadamente veinte átomos de  
carbono en la cadena de ácido graso, aunque las cadenas de  
25 ácido graso con desde aproximadamente ocho a aproximadamente  
veintiseis átomos de carbono son adecuadas para su uso al prac-  
ticar el invento.- Los esteres de ácido graso pueden incluir



193930

esteres de alcoholes mono- o poli-valentes, como, por ejemplo, los aceites grasos que comprenden una proporción sustancial de triglicéridos.-

5           Materiales grasos adecuados que pueden ser tratados de acuerdo con este invento incluyen aceites marinos, tales como aceites de pescado y aceite de ballena, materiales grasos animales, tales como sebo, lanolina, sebo hidrogenado y los otros diversas grasas animales y aceites grasos, y aceites vegetales tales como el de soja, el de algodón, el aceite 10 tung, el cacahuete, el de palma, el de cereales, el de oliva, el de ricino, el de avellana y similares, así como otros materiales grasos, tales como aceites vegetales hidrogenados y residuos.- Se preparan esterres parciales de calidad especialmente buena para ciertos usos por alcoholisis de ácidos grasos 15 libres tales como el esteárico, el oléico, el laurico, el palmítico, el mirístico y similares.-

          El alcohol empleado en la reacción puede ser mono- o polivalente, pero cuando se emplea un alcohol monovamente tal como el metílico o etílico se hace reaccionar con un ester 20 de ácido graso de un alcohol polivalente para dar un ester parcial.- Los alcoholes que son especialmente adecuados para la alcoholisis son los alifáticos con inclusión de los alcoholes aril-sustituidos y deseablemente los alcoholes polivalentes inferiores saturados.- Así, los alcoholes adecuados incluyen los alcanos polihidroxílicos, tales como el glicerol, 25 el sorbitol, el manitol y similares; los alcoholes-éteres tales como el diglicerol, los poligliceroles y similares; los

7

**MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**



**1 93 93 0**

glicoles alcoholénicos, tales como el glicol trimetilénico, el etilénico, el propilénico, el dietilénico, los polietilénicos, los polipropilénicos y similares.- Así como otros alcoholes tales como el pentaeritritol y similares.-

5 El catalizador empleado en la reacción puede ser cualquier catalizador de intercambio de éster que no destile con el éster parcial deseado y, aunque se emplean con preferencia compuestos metálicos tales como los compuestos de los metales alcalinos y de los alcalino-térreos y particularmente  
10 los compuestos de metal bivalente, otros catalizadores adecuados incluyen catalizadores bien conocidos de ácidos orgánicos e inorgánicos, tales como el ácido fosfórico, el sulfúrico o ácidos inorgánicos similares, ácidos inorgánicos sustituidos, tales como el ácido alcoholisulfúrico, ácidos orgánicos tales  
15 como el arilsulfónico y similares, y otros materiales ácidos, así como otros materiales tales como el hidróxido de tetrametilamonio, el cloruro de aluminio y similares.- Los compuestos de estroncio preferidos son los compuestos de estroncio reactivos con ácidos grasos, y particularmente los compuestos  
20 solubles en agua o en alcohol.- Los compuestos de estroncio adecuados incluyen el óxido de estroncio, el hidróxido de estroncio, el cloruro de estroncio, el bromuro de estroncio, el nitrato de estroncio, el acetato de estroncio, el tetraborato de estroncio, el lactato de estroncio y similares, y tales  
25 compuestos se emplean deseablemente cuando el color del producto es un factor primordial.-

La reacción de alcoholisis realizada a una tempera-



15

1 93 93 0

tura esencialmente por encima de la mínima necesaria para la formación del ester parcial deseado y deseablemente a una temperatura suficientemente por encima de la mínima de reacción para establecer un sistema de equilibrio con rendimientos óptimos del ester parcial deseado en un periodo de desde media a cuatro horas.- La reacción se efectúa generalmente a temperaturas desde unos 200° C., a unos 400° C., dependiendo de los materiales que se están haciendo reaccionar y del tiempo de reacción deseado.- Por ejemplo, la alcoholisis de aceite de soja se ha realizado a 180-200° C., pero con preferencia se efectúa a 250-260° C., o deseablemente a 285° C. La mezcla de reacción se mantiene con preferencia a temperatura de reacción durante aproximadamente media hora aunque en algunos casos puede efectuarse la alcoholisis en quince minutos o menos o la reacción puede llevarse a cabo durante tanto como una o dos horas o más.- Cuando la mezcla de reacción se calienta durante periodos prolongados, deben tomarse precauciones para impedir pérdidas sustanciales del alcohol, lo cual desplazaría el equilibrio de la reacción.-

En el proceso de acuerdo con este invento, es deseable precalentar la mezcla de reacción antes de que sea introducida en la reacción a fin de reducir al mínimo el tiempo de reacción total.- La mezcla de reacción se agita con preferencia durante la reacción y el agua desarrollada durante la misma debe separarse continuamente de la zona de reacción.-

El invento es aplicable particularmente a la preparación y recuperación de monoesteres tales como los monoglicé-



15

1 93 93 0

ridos, pero el invento puede emplearse en la preparación de cualquier ester parcial de ácido graso tal como los diglicéridos y similares.- El ester parcial deseado puede separarse y recuperarse con alcohol sin reaccionar desde la reacción, en cuyo caso la cantidad de alcohol empleada durante la reacción puede ajustarse para dar un producto de la composición deseada.-

Con preferencia, sin embargo, el ester parcial deseado se separa en forma esencialmente pura y el alcohol no reaccionado se devuelve al ciclo con el residuo de destilación que contiene el catalizador activo, con lo cual solo se añaden cantidades complementarias de material graso y alcohol para completar la composición a partir de la cual se ha separado el ester parcial.-

Una realización específica del procedimiento de acuerdo con el invento, se mezcló aceite de soja con glicerina en las proporciones de 2,3 moles de glicerina por mol de aceite graso calculado como triglicérido y 0,1% en peso de óxido de estroncio referido al peso de la mezcla de reacción.- El óxido de estroncio se combina con el ácido graso del aceite para formar un jabón de estroncio que opera como catalizador de intercambio de ester en la reacción.- La mezcla resultante se hace pasar a través de un precalentador en el cual la temperatura se eleva a unos 225-230º C., y la mezcla calentada se conduce luego a un reactor de vasija.- En el reactor, la mezcla se calienta a 250-260º C., y se mantiene a esa temperatura durante veinte minutos para determinar la formación



193930

de monoglicérido.- Durante la reacción, la mezcla se agita constantemente y el vapor de agua desarrollado durante la reacción se expulsa del reactor.-

5 La composición resultante de la reacción, que consiste primordialmente en catalizador activo, glicerina no reaccionada y mono-, di- y tri-glicéridos, se lleva luego a través de un serpentín de enfriamiento con lo cual la temperatura de la composición se reduce rápidamente a unos 100° C.-

10 La composición se deja reposar sin agitación durante unos 5 minutos, con lo cual una proporción considerable de la glicerina no reaccionada se separa de la masa de la composición y es retirada.-

15 El resto de la composición que es pobre en glicerina es alimentado continuamente a encima del rotor de un alambique centrífugo de trayecto no obstruido de alto vacío.- La naturaleza de la destilación centrífuga es tal que un solo paso de un incremento dado de composición que se está destilando se efectúa usualmente en un segundo o dos o a lo sumo en menos de dos o tres minutos.- Además, con la composición  
20 extendida en película delgada, la temperatura de la composición puede cambiarse rápidamente.- Es, por tanto, posible, destilar glicerina en un tiempo relativamente corto y a una temperatura relativamente baja, sin iniciar la reversión del monoglicérido.-

25 Por consiguiente, la mayor parte de la glicerina residual remanente en la composición es separada de la misma sometiendo incrementos pequeños sucesivos de la composición



1 93 93 0

a destilación centrífuga de alto vacío a unas 100 micras de presión y a una temperatura del rotor de unos 100º C., aunque son adecuadas presiones de 10-300 micras y temperaturas de 90-150º C.-

5                   A fin de asegurar la obtención como producto del monoglicérido esencialmente puro, el residuo de destilación de la primera destilación se hace pasar inmediatamente a otro alambique centrífugo de trayecto no obstruido de alto vacío donde se efectúa una segunda destilación a unas 20 micras de  
10                   presión y a una temperatura del rotor de unos 120º C., con lo cual se destila de la composición virtualmente toda la glicerina residual no reaccionada y una pequeña cantidad de monoglicérido.-

15                   El residuo de destilación resultante, esencialmente exento de glicerina, que todavía contiene el catalizador en forma activa, se somete inmediatamente a una tercera destilación centrífuga bajo alto vacío a unas 3 micras de presión y a unos 170º C., de temperatura del rotor con lo cual, como monoglicérido virtualmente puro que no contiene virtualmente catalizador aproximadamente el 30% en peso de la composición que  
20                   se está destilando y menos de 1% de glicerina en peso.- Este destilado es condensado inmediatamente y recuperado.-

25                   El residuo de destilación procedente de la tercera destilación es destilado luego con preferencia molecularmente a una presión de aproximadamente 3 micras y a una temperatura de unos 210º C., con lo cual cualquier monoglicérido residual es separado de ella y devuelto al sistema para ser destilado



1 93 93 0

de nuevo en la tercera destilación mencionada.- En un proceso continuo de destilaciones sucesivas, toda la serie de destilaciones se lleva a cabo fácilmente en menos de 5 minutos de destilación real para cualquier incremento dado de composición.-

5 El residuo final de la destilación que consiste principalmente en diglicéridos, triglicéridos y catalizador activo, se combina luego de nuevo con las fracciones de glicerina no reaccionada separadas de la composición de reacción antes de recuperar el monoglicérido puro y la mezcla recombinada se completa con cantidades adicionales de aceite graso y glicerina correlacionadas a la cantidad de monoglicéridos recuperado y el ciclo se repite sucesivamente.- Como quiera que el catalizador original es retenido intacto durante todo el proceso, no se añade catalizador adicional.- Es deseable separar del residuo de destilación pequeñas cantidades de material polimero formado en la reacción, antes de la devolución al ciclo.-

10 Para el tiempo en que se está efectuando el tercer ciclo, la cantidad de monoglicérido que se está recuperando es virtualmente equivalente a la cantidad de aceite graso convertible que se está añadiendo para completar el residuo de destilación.- Así, el procedimiento se continua fácilmente durante periodos de tiempo prolongados, con lo cual se recupera como monoglicérido virtualmente todo el material graso convertible en tratamiento.-

15 Así, por medio de este invento es posible obtener



1 93 930

rendimientos sustancialmente completos de monoglicérido, diglicéridos u otro ester parcial en lugar de los rendimientos de 40-50% en peso referido al peso del material graso, obtenidos hasta ahora.- Además, el monoglicérido obtenido contiene menos del 1% de glicerina en peso en comparación con las preparaciones de monoglicérido de que se dispone en el comercio, que contienen 7% o más de glicerina.- El monoglicérido obtenido está virtualmente exento de ácidos grasos, diglicéridos y triglicéridos, en lugar de estar mezclado con la cantidad casi igual de diglicérido normalmente formada durante la reacción.- El residuo de destilación se devuelve fácilmente al ciclo ya que no contiene materiales añadidos para inactivar el catalizador.- El coste del catalizador resulta un factor despreciable ya que se vuelve a usar repetidamente.- No se producen virtualmente productos secundarios que hayan de eliminarse, puesto que en esencia, toda la cantidad de material graso se convierte en el éster parcial deseado.- El procedimiento es capaz de producir en gran escala monoglicéridos u otro ester parcial de gran pureza lo que no era factible hasta ahora.- Todo el monoglicérido formado en la reacción se recupera en esencia, ya que se evita una reversión digna de mención.-

Aunque el invento se ha descrito en detalle considerable con referencia a la preparación y recuperación de monoglicérido, se comprenderá que es aplicable a la preparación y recuperación de cualquier ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente, o mezclas de los mismos.



1 93 93 0

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 16 de Julio de 1.949, bajo el número 105.182, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.-

- N O T A -

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 19.- Un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente en presencia de un catalizador de intercambio de ester en condiciones que determinan la formación sustancial de un ester parcial en la composición resultante de la reacción, caracterizado por separar dicho ester parcial de dicha composición mientras dicho catalizador está en forma activa extendiendo dicha composición en película delgada y destilando bajo vacío dicho ester parcial de dicha película de composición a una temperatura esencialmente inferior a la de descomposición de dicho catalizador activo, dejando un residuo de destilación que contiene dicho catalizador, completar dicho residuo

15

20





1 93 93 0

que lo contiene se efectúa durante el intervalo de tiempo de reversión, como se ha definido en la Memoria, para evitar así dicha reversión parcial de dicho ester parcial.-

5 69.- Un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente según se reivindica en cualquiera de los puntos 19- 59, caracterizado porque el ester parcial producido es un monoester.-

10 79.- Un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente, según se reivindica en cualquiera de los puntos 19 - 69, caracterizado porque el catalizador activo de intercambio de ester empleado es un compuesto de metal bivalente, en particular un jabón, y específicamente un compuesto de estroncio.-

15 89.- Un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque la destilación en vacío se efectúa en un alambique centrífugo de trayecto no obstruido de alto vacío.-

20 99.- Un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente, según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el material graso tratado es un poliglicérido.-

25 109.- Un procedimiento de preparar un ester parcial de ácido graso de un alcohol polivalente, de color uniforme, en presencia de un catalizador de intercambio de ester, caracterizado por establecer un sistema continuamente circulante que contiene catalizador de jabón de estroncio para



**1 93 93 0**

intercambio de ester mantenido en forma activa en todo dicho sistema, efectuar la alcoholisis de dicho material graso con alcohol polivalente en el curso de dicho sistema circulante y añadir a dicho sistema circulante material graso y alcohol y retirar de dicho sistema ester parcial de ácido graso de alcohol polivalente en cantidades correlacionadas.-

5

11º.- Un procedimiento de preparar ester parcial de ácido graso de alcohol polivalente de color uniforme según se reivindica en el punto 10º, caracterizado porque un material graso que incluye una proporción sustancial de triglicérido se hace reaccionar con clicerina para dar un gran rendimiento de monoglicérido virtualmente puro como monoester.

10

12º.- Un procedimiento para la conversión virtualmente completa de material graso en éster parcial.-

15

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.-

La presente memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.-

Madrid, 15 JUL. 1950

P. A.  
Alberto de Elzaburu  
Por Poder

*Elzaburu*