

H/V.



1959

201345

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

201345

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención

a favor de

la r.s. E. F. Drew & C^o. Inc.

- sociedad norteamericana -

residente en

New-York N. Y. (Estados Unidos)

15 East 26th Street

por:

" METODO DE RECONSTRUCCION DE ACEITES GLICERIDOS "

=====

INVENTOR: D. Herbert H. Mueller; súbdito norteamericano.

=====



1.-

201345

5 El presente invento se refiere a la reconstrucción de aceites que son los glicéridos de una mezcla de ácidos grasos de variable contenido de carbono, de ordinario de 6 a 18 átomos de carbono. Más en particular el invento se refiere a la reconstrucción de tales aceites glicéridos por tratamiento con ácidos grasos más elevados, gracias a lo cual los ácidos grasos inferiores contenidos en ellos son desplazados por los ácidos grasos más elevados y así se cambian las características del aceite inicial. En la patente de George Barsky, número 10 2.182.232, de 5 de Diciembre de 1939, se describe y reivindica el procedimiento básico para reconstruir tales aceites. Dicho procedimiento es capaz de dar las características deseadas a los aceites reconstruidos, y el presente invento procura mejorar el método allí descrito. En el método patentado, el 15 ácido graso más elevado no combinaba completamente con el ácido para desplazar a los ácidos grasos inferiores, y después de haberse completado la operación, era necesario eliminar los ácidos grasos libres por medio de una operación destiladora. Debido a la lentificación de la reacción hacia el final de la 20 misma, se empleaba de ordinario un tiempo considerablemente largo para realizarla, y a causa de tal tiempo adicional de tratamiento a temperaturas necesariamente elevadas, probablemente tenía lugar alguna descomposición que originaba productos secundarios coloreados los cuales hacían que fuese coloreado el producto final.

25 El presente invento se encamina y se adapta a remediar las dificultades del método primitivo, figurando entre



201345

los objetos del mismo modificar el procedimiento descrito en la antedicha patente y suprimir la necesidad de separar de la mezcla por destilación los ácidos grasos que no han reaccionado.

5 Figura también entre los objetos del presente invento proporcionar un procedimiento que pueda controlarse adecuadamente para predeterminar las características del producto final.

10 En la práctica del presente invento, se prevé un aceite glicérido del tipo del de coco, en el que hay una proporción sustancial de ácidos grasos inferiores con 6, 8 y 10 átomos de carbono. Tales aceites son habitualmente del todo líquidos o semilíquidos, y no resultan adecuados en tal estado para la conversión en una grasa sólida conocida como "mantequilla dura". Tales mantecas duras se usan ampliamente en operaciones industriales para obtener productos alimenticios como en la fabricación de dulces u otros productos de confitería y en la panificación. Para estos usos se requiere normalmente que las mantecas duras tengan caracteres específicos que las adapten al objeto particular a que se aplican.

15 Según el presente invento, el aceite mencionado, del cual los ejemplos más conocidos son el de babassu, el de nuez de palma y el de coco, se mezcla con un ácido graso más elevado, u ordinariamente con una mezcla de ácidos grasos más elevados, ordinariamente de 12 a 18 átomos de carbono. La mezcla se calienta a la temperatura de reacción, ordinariamente superior a 250° C, con lo que se eliminan de la combinación



3.-

201345

5 los ácidos grasos inferiores y se vaporizan, mientras los sus-
tituyen en la combinación los ácidos grasos más altos añadidos.
Los ácidos grasos inferiores libres se eliminan de la zona de
reacción, dejando al aceite reconstruido. Al poner en prácti-
ca estas operaciones, se emplea un exceso de ácidos grasos más
elevados sobre el necesario para desplazar el ácido graso infe-
rior. Por consiguiente al final de la reconstrucción existe
un exceso de ácido graso presente en estado libre. Al producto
de la reacción se agrega luego una cantidad conveniente de gli-
cerina para combinarla con los ácidos libres presentes y se
10 calienta la mezcla para que tenga lugar la esterificación, for-
mando un producto neutro o, si se quiere ligeramente ácido.

15 En algunos casos puede ser ventajoso realizar
la operación esterificadora en dos etapas, agregando en la
primera únicamente la parte de glicerina necesaria para com-
pletar la esterificación de los ácidos grasos y hacerla reac-
cionar y después que se ha completado la reacción se agrega
el remanente de la glicerina y se acaba de completar la reac-
ción. La temperatura de reacción se mantiene ordinariamente
20 alrededor de los 260° C, aunque para obtener resultados satis-
factorios se ha descubierto ser conveniente mantenerla entre
250° y 270° C.

25 Generalmente se emplea el óxido metálico, como
por ejemplo ácido bórico u óxido de cinc, como catalizador,
con objeto de que se pueda continuar la reacción sin necesidad
de utilizar temperaturas más altas. La reacción desplazadora
se realiza preferentemente al vacío para eliminar más eficaz-



4.-

201345

5 mente los ácidos grasos inferiores cuando se liberan y acelerar de este modo la reacción. En la etapa de la esterificación es preferible realizar una primera esterificación a la presión atmosférica con CO₂ y luego después a presión gradualmente reducida.

A continuación damos algunos ejemplos específicos de la práctica del invento.

EJEMPLO 1

Se hace una mezcla de los siguientes componentes:

10

aceite nabassu 950 partes en peso;

ácidos grasos mixtos 510 partes en peso.

15 Los ácidos grasos están en este caso constituidos por aproximadamente el 72 % de ácidos laurico y mirístico, el 24,5 % de ácidos palmítico, oleico y esteárico, y el resto de ácidos caprílico y cáprico.

15

20 La mezcla se calienta a una temperatura entre 252° a 263° C y se acopla una columna fraccionadora al recipiente de reacción. Al principio de la operación se aplica un vacío de unos 140 mm de mercurio y este vacío se aumenta gradualmente hasta que al final de la reacción sea aproximadamente de 80 mm. El caldeo se continúa durante 3,5 a 4 horas. Los vapores de los ácidos grasos inferiores se desplazan del aceite de nabassu durante la reconstrucción y los ácidos grasos inferiores contenidos en la mezcla de ácidos grasos también se evaporan y pasan a través de la columna fraccionadora. 25 Los ácidos grasos más elevados se condensan en ella y se hacen volver a la zona de reacción.

25



5.-

201345

El producto posee un índice de ácido graso libre de 29 %, a este producto se agregan 40 partes de glicerina al 95-98 % y la mezcla se calienta a la presión atmosférica y en presencia de una corriente de anhídrido carbónico a temperaturas entre 245° y 265° C. Después de próximamente una hora y media se aplica un vacío de 125 mm y este se reduce gradualmente durante el resto de la operación de próximamente una hora.

El producto tiene un índice de ácido graso libre de 9 % y se le agregan otras 13 partes de glicerina anhidra. La mezcla se calienta como antes con un vacío inicial de 175 mm que se aumenta gradualmente a 30 mm al final de la operación, lo que requiere aproximadamente 2 horas. El producto final tiene un contenido de ácido graso libre de 4,5 % y se refina con álcali caústico como de ordinario. Puede hidrogenarse para producir una manteca con un punto de reblandecimiento de unos 28° C. El producto es una manteca bastante blanda.

EJEMPLO 2.-

Se colocan los siguientes componentes en un recipiente de reacción:

aceite de coco	950 partes en peso
ácidos grasos más elevados mezclados	510 partes en peso
óxido de cinc	4 partes en peso.



201345

La mezcla de ácidos grasos puede ser la misma que se emplea en el ejemplo 1. El recipiente de reacción se equipa de una columna iracionadora y la mezcla se calienta a una temperatura de 250° a 260° C. Se aplica un vacío de 126 mm al comienzo de la operación y el vacío se aumenta hasta el final del desplazamiento hasta 90 mm. El tiempo total de la operación es de unas 8 horas.

El índice de ácido graso libre del producto es de 21 % y a este se agregan 20 partes en peso de glicerina al 95-98 %. Se aplica un condensador de reflujo y el recipiente se calienta a una temperatura de 243° a 262° C. Se aplica un vacío, decreciendo la presión desde 360 mm a 40 mm al final de la operación, lo que requiere unas 3 horas y media.

El índice de ácido graso libre del producto parcialmente esterificado es de unos 8 % y a este se agregan 12 partes de glicerina. Se continúa el caldeo con la aplicación de un condensador de reflujo a temperaturas de 240° a 268° C con un vacío de 360 mm y con un aumento del mismo hasta 12 mm al final de la operación. Hacia el final de la operación se separa el condensador de reflujo y el tiempo total de la segunda esterificación es de unas 2 horas y cuarto. El producto final tiene un índice de ácido libre de próximamente 4 %. La reconstrucción, particularmente la eliminación de los ácidos grasos con 6, 8 y 10 átomos de carbono de la mezcla de reacción que comprende los ácidos grasos interiores existentes en el aceite de coco y en la mezcla de ácidos grasos, es aproximadamente del 90 %.

El producto se refina como de ordinario y se



152

201345

hidrogena, teniendo la manteca un punto de reblandecimiento de unos 33,5° C. Las características de este producto son tales que lo hacen muy apto para emplearse en recubrimientos de chocolate.

5

EJEMPLO 3.

10

La mezcla de componentes es la misma que la del ejemplo 1, con la adición de 7 partes en peso de óxido de cinc como catalizador. La operación se conduce con la columna fraccionadora y se mantiene una temperatura en el recipiente de reacción de 256° a 262° C. Se aplica un vacío de 140 mm al comienzo de la operación y se le aumenta gradualmente a 105 mm al final de la operación. El tiempo de caldeo es de unas 12 horas.

15

20

El producto tiene un índice de ácido graso libre de 20,5 %. A este se agregan 30 partes en peso de glicerina y se mantiene una temperatura de 255° a 267° C empleando anhídrido carbónico a la presión atmosférica. Después de unas 3 horas se aplica el vacío, que se aumenta gradualmente hasta 25 mm al final de la operación, la cual requiere un total de unas 6 horas. El contenido de ácido graso libre del producto es de 5 % y se refina e hidrogena como de ordinario. El punto de reblandecimiento de la manteca dura es de unos 33° C.

EJEMPLO 4.

25

Se hace la siguiente mezcla de componentes:
aceite de nuez de palma 650 partes en peso



201345

ácidos esteárico y
 palmítico mezclados 290 partes en peso
 ácido bórico 12 partes en peso.

La mezcla se coloca en un recipiente de reacción provisto de una columna traccionadora y se calienta en el recipiente a una temperatura de unos 270° C. Se mantiene un vacío de 200 mm. Los vapores que pasan por la columna traccionadora tienen una temperatura de 180° a 185° C. Después de 5 horas de operación se aumenta el vacío a 90 mm y la reacción se detiene cuando el índice de ácido graso libre del producto ha descendido a 20-21 %.

Se agrega una cantidad suficiente de glicerina al ácido graso libre inferior de índice de 6 %. Se mantiene a una temperatura de 260° C con condensador de reflujo dispuesto de modo que la glicerina vaporizada vuelva al recipiente de reacción, pero de modo que permita escapar el vapor de agua. Se utiliza un vacío de 200 mm y se le aumenta gradualmente hasta 15-20 mm y en este punto se mantiene hasta que el contenido de ácido graso libre es de 6 %. Se separa el condensador de reflujo y se efectúa la destilación con vapor hasta que el contenido de ácido graso libre se reduce a 4 %. El producto final se refina como de ordinario y la manteca dura tiene un punto de reblandecimiento de 34,2° C.

Son numerosas las ventajas inherentes al presente procedimiento. En él se suprime la necesidad de eliminar cantidades relativamente grandes de ácidos grasos no combinados después de la reconstrucción. Esto simplifica grandemente la operación y reduce el coste de la misma. Permite em-

ESTADO LIBRE ASOCIACION
DE PUERTO RICO



201345

5

10

15

20

25

plear mayores cantidades de ácidos grasos más elevados en la operación reestructora, permitiendo de este modo un grado más alto de reconstrucción y permitiendo producir mantecas más duras de lo que era posible por los anteriores métodos. Se pueden emplear también fracciones de ácido graso más elevado conteniendo cantidades importantes de ácidos grasos inferiores y la operación puede realizarse de modo suave y eficaz eliminando cuantos ácidos grasos inferiores se requiera para dar al producto las características predeterminadas. La esterificación del ácido graso en exceso evita la necesidad de una destilación que pudiera producir la descomposición y perturbación del color del producto. La operación resulta más suave y pueden en la misma emplearse temperaturas relativamente más bajas que antes, con lo que también se reduce más el peligro de la perturbación del color. El proceso en dos etapas aquí descrito también resulta ventajoso ya que permite un mejor control de toda la operación.

Aunque el invento se ha descrito explicando algunos ejemplos específicos de la operación, pueden efectuarse diversos cambios en los detalles dentro de los principios aquí expuestos. Por ejemplo, el invento puede aplicarse a aceites de tipo distinto al del aceite de coco, en los que se encuentren ácidos con un contenido mayor e inferior de carbono y los ácidos inferiores se desplazan por los más elevados. En el procedimiento no es necesario emplear una mezcla de ácidos grasos más elevados, sino que pueden aplicarse ácidos grasos simples. Pueden utilizarse lo mismo ácidos grasos más elevados saturados como insaturados y el producto final no necesita imprescindi-



10.-

201345

blemente hidrogenarse. La mezcla de ácidos grasos más elevados empleada en la operación puede contener cantidades menores de ácidos grasos inferiores o puede estar completamente libre de los mismos.

La temperatura empleada, el tiempo de la operación, el carácter del catalizador, el valor del vacío y otros diversos detalles aplicados en el procedimiento, pueden variarse según es ya sabido en la técnica. Estas y otras variaciones en los detalles pueden realizarse dentro del espíritu del invento, el cual se ha explicado de modo general y solo se limita por la especificación de las adjuntas reivindicaciones.

=====

=====

=====



11.-

201345

N O T A.-

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar los ácidos grasos inferiores de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a una temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, 10 la eliminación de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción, y el caldeo para producir la esterificación de dicha glicerina con el indicado producto.

15 2.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar dicho ácido graso inferior del indicado aceite, la adición de un catalizador de óxido metálico, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción 20 para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de éste último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción, y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto.

25 3.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más alto en exceso del que



12.-

201345

5 se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, la adición de un catalizador de óxido de cinc, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar los indicados ácidos grasos inferiores, la eliminación de estos últimos de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto .

10 4.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto, efectuándose al vacío la reacción desplazadora.

15 20 25 5.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción, el indicado caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto, realizando al vacío la indicada reacción desplazado-



13.-

201345

ra y efectuando por lo menos una parte de dicha esterificación al vacío.

6.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a una temperatura de reacción de 250° a 270° C para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto.

7.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto siendo la temperatura en ambas etapas de 200° a 270° C.

8.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación



14.-

201345

de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto, y posteriormente la introducción de más cantidad de glicerina y el caldeo para producir una ulterior esterificación.

9.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso de lo que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, conteniendo dicho ácido graso superior una pequeña cantidad de dicho ácido graso inferior, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto.

10.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, la continuación de dicha reacción y la eliminación hasta que al menos 90% de los ácidos con menos de 12 átomos de carbono se elimine de la mezcla de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto.



15.-

201345

5
10
11.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco con un ácido graso más elevado en exceso del que se necesita para desplazar el ácido graso inferior de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar dicho ácido graso inferior, la eliminación de este último de la zona de reacción, el fraccionamiento de dichos vapores y la condensación de la glicerina en el producto de reacción, y el caldeo para producir la esterificación de la glicerina con dicho producto.

15
20
12.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos, caracterizado porque comprende la mezcla de un aceite del tipo del de coco, cuyos ácidos grasos poseen desde 6 a 18 átomos de carbono, con una mezcla de ácidos grasos más elevados que poseen desde 12 a 18 átomos de carbono, en exceso esta de lo que se necesita para desplazar los ácidos grasos inferiores de dicho aceite, el caldeo de la mezcla a la temperatura de reacción para desplazar la mayor porción de ácidos grasos inferiores con 6 a 10 átomos de carbono, la eliminación de estos últimos de la zona de reacción, la introducción posterior de glicerina en el producto de reacción, y el caldeo para producir la esterificación de dicha glicerina con el indicado producto hasta que el índice de acidez sea de unos 5 a 6 %.

25
13.- Método de reconstrucción de aceites glicéridos.

Según se describe y reivindica en la presente

16.-



ENE. 1952

201345

memoria descriptiva.

Consta esta memoria de diez y seis hojas ro-
liadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 9 de Enero de 1952.