

229831



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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MONOGLICERIDOS", a favor de HENKEL & Cie. GmbH., de nacionalidad alemana, domiciliada en DUSSELDORF-HOLTHAUSEN, (Alemania), Henkelstr. 67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de monoglicéridos.

- En la preparación de monoglicéridos de ácidos grasos por reesterificación de ésteres de ácidos grasos con glicerina son obtenidos productos reaccionales que contienen, según
5. las proporciones cuantitativas de los materiales de partida, cantidades variables de glicerina libre, mono- y diglicéridos. Si se intenta terminar la elaboración de tales mezclas por destilación fraccionada, entonces los monoglicéridos se des-
10. componen bajo las condiciones de destilación en di- y/o tri-

229831

14



- glicéridos. La ulterior formación de di- o triglicéridos, partiendo de monoglicéridos habrá de ser favorecida por el catalizador utilizado en la reesterificación, el cual cataliza no solamente la formación de monoglicéridos a base de ésteres de ácidos grasos y glicéridos, sino también la ulterior formación de di- o triglicéridos, partiendo de monoglicéridos.
5. Por esta razón se ha propuesto neutralizar antes de la destilación el catalizador de reesterificación ácido o básico. Pero con una comprobación posterior de este procedimiento se ha
10. hecho constar que la inactivación del catalizador por neutralización antes de la destilación no ha tenido ninguna influencia en la descomposición del monoglicérido durante la destilación; ni en el residuo, ni en la glicerina, separada por destilación, se ha encontrado monoglicéridos. Según otra su-
15. gerencia para la obtención de monoglicéridos a base de los productos reaccionales de la reesterificación, se renuncia a la inactivación del catalizador, y se somete el producto reaccional a una evaporación rápida, efectuada en evaporadores de capa delgada, y en la que la glicerina y el monoglicérido son
20. expulsados, dentro de brevísimo tiempo, del residuo no volátil bajo las condiciones reaccionales elegidas. Este procedimiento sólo se puede llevar a cabo en evaporadores de capa delgada bajo las condiciones de una destilación molecular, en los que el material a destilar es repartido en capa delgada
25. sobre una base calentada, y en los que los vapores liberados llegan al condensador bajo presiones muy reducidas, sin pasar por obstáculos como, por ejemplo, fondos de intercambio. Los aparatos de esta naturaleza han de ser tratados con particular cuidado. Puesto que, por regla general, la mezcla de glicérido a destilar presenta sólo un contenido en monoglicérido
- 30.

229831

14 JUN 1950



de 40-60%, el rendimiento en monoglicérido, referido a la cantidad total del material a destilar es relativamente reducido, lo cual constituye una desventaja esencial del procedimiento.

5. Ahora bien, se ha encontrado que se puede separar por destilación monoglicéridos con ayuda de glicerina en forma de vapor como vapor portador, de sus mezclas con di- y triglicéridos que pueden estar preparadas de modo en sí conocido. Con este procedimiento, el catalizador de reesterificación existente puede ser inactivado antes de la expulsión del monoglicérido; no obstante se ha de considerar como ventaja particular del procedimiento el hecho de que los catalizadores de reesterificación pueden quedar conservados en la mezcla. De este modo se hace posible impedir que se formen los monoglicéridos, sino durante la destilación, separándolos de la mezcla de reesterificación luego continuamente por destilación. En ambos casos se puede operar tanto de modo continuo como discontinuo.

20. Como material de partida para la preparación de monoglicéridos sirven los ésteres carboxílicos con 6-26, especialmente con 12-20 átomos de carbono en el radical de ácido carboxílico. Con los ácidos carboxílicos se trata principalmente de ácidos grasos de cadena recta o ramificada, saturados o no saturados, que proceden de plantas, animales terrestres o marítimos, o de microorganismos, si bien pueden estar preparados sintéticamente según cualesquier procedimientos potestativos. Pero la invención, es aplicable también a ésteres de ácidos carboxílicos de naturaleza cíclica, por ejemplo a los ésteres del ácido benzoico, o del ácido salicílico, a cuyo efecto se puede tratar, como por ejemplo con los ácidos resí-
- 25.
- 30.

229831



5. nicos, también de ácidos carboxílicos no aromáticos. Por razones de sencillez, a continuación se hablará aun sólo de ácidos grasos, o bien de ésteres de ácidos grasos; por los mismos ha de entenderse, no obstante, todos los ácidos carboxílicos antes indicados, o bien sus ésteres. Se ha mostrado como conveniente eliminar antes de la reesterificación mayores cantidades de componentes ácidos, que están presentes en los ésteres de ácidos grasos a elaborar; el contenido en ácidos grasos libres no ha de exceder de un 2% en peso. Por neutralización de los ácidos grasos libres con álcalis, álcalis térreos o fuertes bases orgánicas se puede eliminar simultáneamente los ácidos grasos libres y producir el catalizador de reesterificación.

15. Como componente alcohólico pueden estar presentes en los ésteres a elaborar radicales de la glicerina, pero asimismo, radicales de alcoholes bi- o monovalentes. La reesterificación puede llevarse a cabo, no sólo en triglicéridos, sino asimismo en diglicéridos.

20. La reesterificación de los ésteres de ácidos grasos a elaborar se realiza según métodos en sí conocidos. Por regla general se opera con un exceso de glicerina que puede ser de, por ejemplo, 0.5 a 2 veces lo teóricamente necesario; pero si la reesterificación y la destilación se efectúan en una sola fase operatoria, entonces este exceso puede ser esencialmente mayor.

25. Como catalizadores de reesterificación se utiliza sustancias no volátiles bajo las condiciones reaccionales de reacción ácida o alcalina, como por ejemplo fuertes ácidos inorgánicos polibásicos, particularmente ácido sulfúrico o fosfórico, así como los derivados orgánicos ácidos de los

30.

229831

14 JU



- mismos, por ejemplo ácidos sulfo- o fosfónicos, ésteres parciales sulfónicos o fosfóricos, etc. También puede utilizarse otras sustancias ácidas como catalizadores, por ejemplo cloruro de aluminio. Como catalizadores básicos son utilizables
5. los metales alcalinos o alcalinotérreos, como por ejemplo sodio, potasio, litio, magnesio, calcio, estroncio, cinc, cadmio, así como sus óxidos, hidróxidos, carbonatos, jabones, alcoholatos u otras sustancias de reacción alcalina. También las bases orgánicas, particularmente bases de nitrógeno terciarias o cuaternarias pueden ser utilizadas como catalizadores de reesterificación, mientras que no sean volátiles bajo las condiciones reaccionales. La cantidad de catalizador es de a lo menos 0.01, preferentemente 0.05 a 0.1 mol por mol de radical de ácido graso. Como catalizadores pueden servir también intercambiadores de iones básicos o ácidos, particularmente a base de resina artificial. Las indicaciones cuantitativas se refieren, al efecto a la cantidad de los iones intercambiables.
- 10.
- 15.

20. La temperatura reaccional está situada dentro del orden de 130 y 250°C; puesto que la reacción a 130°C transcurre aun relativamente despacio y que más allá de 200°C se hace perceptible la formación de poliglicerinas, se opera, convenientemente, a temperaturas de 150-200°C.

25. Los ésteres de ácidos grasos a reesterificar y la glicerina se mezclan mal entre sí y resulta conveniente para la aceleración de la reesterificación, llevar a contacto íntimo ambas fases. Esto puede efectuarse por agitador intensivo y/o por adición de emulgentes. Como emulgentes sirven, preferentemente, sustancias que presentan en la molécula un radical de ácido carboxílico liposoluble de por ejemplo 10-30. -26 átomos de carbono y una agrupación soluble en agua y en

229831

14 JUL



- glicerina. Tales agrupaciones son por ejemplo varios grupos hidroxilo libres o varios átomos de oxígeno etéreo, particularmente en forma de cadenas de poliéteres. Preferentemente, se utiliza emulgentes que no contienen ningún enlace de éster y que, por consiguiente, no pueden sufrir ninguna reesterificación bajo las condiciones reaccionales como por ejemplo productos de acumulación de óxido de etileno en alcoholes grasos o aminas grasas que contienen por ejemplo 10-26 átomos de carbono en el radical graso, o éteres parciales de alcoholes grasos con aquellos alcoholes polivalentes que presentan en la molécula a lo menos tres grupos hidroxilo, como por ejemplo, glicerina, poliglicerinas, sorbita, manita, o sus productos de disociación de agua intra- o inter-moleculares. También se puede utilizar como emulgentes los productos de acumulación de óxido de etileno a los citados éteres parciales. Los emulgentes han de ser no destilables, es decir no han de presentar, bajo las condiciones de destilación con glicerina, como vapor portador, ninguna tensión de vapor mensurable. Los monoglicéridos que pueden ser adicionados antes de la reesterificación como emulgentes forman una excepción. La cantidad del emulgente puede importar 1-50% en peso de la mezcla reaccional.

- Según el invento, entonces el monoglicérido formado es destilado de la mezcla reaccional con ayuda de vapor de glicerina como vehículo. Esto tiene lugar, por ejemplo, por introducción de vapor de glicerina en la mezcla reaccional. Entonces es arrastrado tanto monoglicérido cuanto corresponda a la tensión de vapor del monoglicérido a la temperatura operatoria del caso respectivo. Si el producto de reesterificación contiene un exceso bastante grande de glicerina, entonces

229331

14 JU



- ces la destilación con vapor portador de glicerina puede llevarse a cabo, asimismo, sin introducción de vapor de glicerina. La expulsión del monoglicérido se lleva a cabo, preferentemente, a las temperaturas de la reesterificación y a presiones
5. de 1-20 mm de Hg, si bien son aplicables también temperaturas más bajas, siempre que se rebaje la presión de modo correspondiente, vg. a 0.1 mm de Hg. Temperaturas esencialmente superiores a 250°C no son recomendables; se recomienda, ya al operar encima de 200°C, inactivar el catalizador por neutralización, para evitar la formación de poliglicerina.
10. El arrastre de vapores de monoglicéridos de la mezcla de glicerina-monoglicérido hirviente tiene lugar en escala reducida también en la separación destilatoria en sí conocida, de la glicerina en exceso de las mezclas de reesterificación. Pero con este procedimiento se intentaba una separación de glicerina y monoglicérido por destilación fraccionada, lo cual ya se desprende del hecho de que se intentaba aislar el monoglicérido mediante destilación, del residuo obtenido después de la destilación de la glicerina. Pero al separar
15. mezclas de sustancia mediante destilación fraccionada se opera, usualmente, con columnas de destilación en las que los componentes arrastrados del componente de ebullición difícil son precipitados por intercambio de materia entre el vapor ascendente y el condensado que se encuentra en retorno. Además, la cantidad en exceso de glicerina, usualmente aplicada en
20. la reesterificación de grasas con glicerina, no es suficiente para obtener cantidades de monoglicérido dignas de mencionar. Si se desea expulsar de mezclas de reesterificación el monoglicérido con ayuda de la glicerina en exceso presente en la
25. mezcla de reesterificación, sin glicerina adicional, por ejem-
- 30.

229831

14 JUL 6



plo en forma de vapor introducido, entonces al efecto hace falta, según la presión de vapor del monoglicérido a la respectiva temperatura que depende de la magnitud del radical del ácido graso en él existente, a lo menos 8 veces, preferentemente 10 a 25 veces de glicerina con respecto a la mezcla de monoglicérido que está presente. La siguiente tabla indica, a título de medida para la presión de vapor, los puntos de ebullición de algunos monoglicéridos.

5.

Monoglicérido	Punto de ebullición °C / mm Hg
Monocaprina	175 / 1
monolaurina	186 / 1
monomiristina	199 / 1
monopalmitina	211 / 1
monocoleína	186 / 0.2
monoestearina	190 / 0.2

10.

En el caso del monoglicérido de ácido láurico se necesita aproximadamente 12.5 veces de glicerina. De estas consideraciones resulta la deducción concluyente de que con los procedimientos conocidos, en tanto que se separaba por destilación un exceso de glicerina de la mezcla de reesterificación, no se ha logrado ninguna obtención del monoglicérido mediante destilación de vapor portador de glicerina.

15.

Desde luego no hace falta mantener siempre, en la destilación de vapor portador, en la retorta tan grandes excesos de glicerina; también se puede operar con cantidades menores, si se hace retornar la glicerina que se separa del monoglicérido después de la condensación de los vapores de glicerina-monoglicérido expulsados, como vapor o líquido a la retorta.

20.

223831

14 J



En este caso, la proporción cuantitativa glicerina : éster de ácido graso, en la retorta, puede ser a lo menos 1 : 1, preferentemente 2 : 1, hasta 8 : 1.

5. En la forma de realización descrita hasta ahora del procedimiento recién desarrollado, se iban destilando glicerina y monoglicérido en la misma proporción, en la que se encuentran sus tensiones de vapor entre sí. Ahora bien, se puede intensificar el grado del efecto de la destilación, es decir se puede aumentar la cantidad de monoglicérido expulsada
10. con la misma cantidad de vapor de glicerina, operando con vapor de glicerina calentado. Si se produce el vapor de glicerina separadamente, el mismo puede ser pasado por los conocidos recalentadores de vapor para llevarlo a la temperatura deseada, utilizándolo seguidamente para expulsar el monoglicérido.
15. Una forma de realización, bien apropiada para la finalidad aquí descrita, de la modalidad operatoria con vapor portador recalentado, consiste en cargar la retorta adicionalmente con la suficiente poliglicerina para que la temperatura del matraz, necesaria para la destilación de la mezcla de
20. monoglicérido-glicerina, quede situada por encima del punto de ebullición de la glicerina a la presión respectiva. En principio, puede utilizarse, como es natural, asimismo, en lugar de poliglicerina todo otro líquido inerte que no destile bajo estas condiciones, por ejemplo poliésteres de alcoholes
25. polivalentes que presenten vg. 2 a 5 átomos de carbono en la molécula. Utilizables son, por ejemplo, poliglicoles, poliglicoléteres de alcoholes grasos, etc., superiores. Las poliglicerinas resultan muy particularmente apropiadas para esta finalidad, puesto que son miscibles con glicerina y que son
30. recuperadas, con una elaboración ulterior de la glicerina uti-

229831

14



lizada para la destilación, del modo usual en la obtención de glicerina pura a base de glicerina bruta. Además no entran en reacciones secundarias indeseables.

5. Si se carga por ejemplo una retorta con una mezcla de partes iguales de poliglicerina y de glicerina, además de grasa a reesterificar, catalizador y emulgente, entonces se logra un recalentamiento de aproximadamente  $20^{\circ}\text{C}$  a un vacío de 8 mm de Hg. Si el monoglicérido a destilar es monoglicérido de ácido esteárico, entonces pasa aproximadamente en la
10. proporción ponderal 1 : 40 con el vapor de glicerina, mientras que esta proporción representa, en la destilación sin recalentamiento de vapor de glicerina, aproximadamente 1 : 50.

15. No se puede impulsar hasta cualquier extremo el recalentamiento de vapor por adición de poliglicerina, porque la cantidad de glicerina existente en la sedimentación va disminuyendo a medida que aumenta el recalentamiento del vapor de glicerina. Pero es necesaria cierta cantidad de glicerina para impedir la descomposición del monoglicérido durante la
20. destilación. La proporción ponderal glicerina libre a monoglicérido, en el destilado, ha de ser con esta modalidad operatoria a lo menos 3 : 1. La proporción ponderal poliglicerina a glicerina, puede oscilar según el largo de la cadena de ácido graso de la grasa utilizada, en el orden de 20 : 80 hasta 80 : 20.

25. En la forma de realización, con la cual tiene lugar en el material a destilar, simultáneamente, la reesterificación de la grasa en monoglicérido, desde luego, se forman en presencia de poliglicerinas también ésteres parciales de ácido graso-poliglicerina. No obstante la deseada formación de monoglicérido no es estorbada por ello, ya que a medida que se
- 30.

229831

14 JUN 1953



va destilando monoglicérido, también se va formando ulteriormente monoglicérido a base del éster parcial de poliglicerina y de la glicerina.

- La realización del procedimiento según la invención,
5. con retorno de la glicerina condensada y a segregar del monoglicérido, es posible por ejemplo en el utillaje representado en el dibujo, en el que se ha llevado a cabo también los ejemplos aquí descritos. Como recipiente reaccional o bien de destilación, sirve el matraz 1 que está provisto de dos bocas 2
10. y 3, a través de las cuales son introducidos, según necesidad, capilares de ebullición, termómetros, y las sustancias a transponer entre sí. El matraz 1 está conectado mediante un cono esmerilado 4 con el tubo ascendente de vapor 5. Este tubo puede estar provisto parcial o enteramente de cuerpos de
15. relleno que sirven exclusivamente para retener porciones líquidas arrastradas del contenido del matraz. Como sea que en este tubo no ha de tener lugar separación, el mismo debe estar bien aislado, o incluso calentado, para que en él no se produzca ningún retorno. El tubo 5 pasa al refrigerante descendente 6, en el que los gases son condensados y conducidos al
20. colector que consiste en el matraz superior piriforme 7 y en el tubo 8 fijado a la parte inferior del mismo. En el matraz piriforme se encuentra el tubo de conexión 9 para el vacío y un rebosadero 10 con grifo 11. En el matraz 7 termina el tubo
25. del refrigerante 6; debajo del extremo de éste está dispuesto el embudo colector 12. El tubo del embudo colector 12 se prolonga en una varilla de cristal 13 que, rodeada por una espiral de cristal 14, descansa en el tubo 8. En el sitio de unión entre el tubo del embudo colector 12 y la varilla de cristal
30. 11 está dispuesta una abertura 15. Los vapores de glicerina

229831



- liberados en el matraz 1 y cargados de monoglicérido van subiendo por el tubo 5, son condensados en el refrigerante descendente 6, llegan al colector 7 como mezcla de glicerina líquida y monoglicérido en el embudo 12, pasando a través del
5. orificio 15 al tubo 8 que convenientemente ha sido previamente cargado entera o parcialmente con glicerina. Aquí se separan glicerina y monoglicérido; la capa de monoglicérido va subiendo en el tubo 8 y en el matraz 7 hacia arriba hasta que puede ser evacuada a través del rebosadero 10 por un colector
10. al vacío. El tubo 8 acaba en su extremo inferior en el conducto de retorno de glicerina 16, cuya porción 16a - 16c desarrollada a modo de sifón lleva un grifo de salida 17 y cuya porción de rebosadero 16d está provista de un grifo 18, con cuya ayuda es regulada la cantidad de la glicerina retornada.
15. La porción de rebosadero 16d pasa, de retorno, al tubo ascendente de vapor 5 y acaba como pieza tubular 16e en su parte inferior abierta.

- En este utillaje se puede llevar a cabo el procedimiento según la invención de modo continuo o discontinuo, efectuando ya sea en el matraz 1, primero, la reesterificación y seguidamente la destilación del monoglicérido bajo retorno de glicerina. Pero también se puede llevar a cabo la reesterificación del éster de ácido graso con glicerina en otro recipiente e introducir el producto reaccional obtenido en éste,
20. continuamente o por cargas, en el matraz 1, donde la separación de monoglicérido tiene lugar igualmente de modo continuo o por cargas. Con particular ventaja se incorpora en el matraz 1 éster de ácido graso, glicerina y catalizadores, expulsando el monoglicérido en el momento en que se origina.

30. Si se elabora ésteres de ácido graso de alcoholes que

229831

14



- presentan un punto de ebullición más bajo que la glicerina, entonces pasan juntamente al destilar alcoholes libres, formados en la reesterificación, y se puede separar por aspiración los alcoholes en forma de vapor, mediante condensación fraccionada en el refrigerante 6, a través del conducto de vacío 9, condensando entonces en caso deseado. El procedimiento reivindicado no queda limitado al empleo de una retorta como recipiente de destilación y reacción. Puede llevarse a cabo más bien en todos los utillajes usuales y conocidos para el alcance de presiones de 0.1-20 mm de Hg para la destilación.
- 5.
- 10.

- Se ha demostrado que las capas de monoglicéridos y glicerina que se van separando en el colector contienen aun reducidas cantidades de glicerina, o bien de monoglicéridos. La glicerina puede ser eliminada de los monoglicéridos, si se lava los monoglicéridos brutos con agua, pero preferentemente con soluciones salinas, o separándolos según otros procedimientos conocidos.
- 15.

- Pero se puede ayudar la separación de glicerina-monoglicérido también, haciendo pasar el condensado a través de un medio de extracción que si bien disuelve monoglicérido, en cambio, no la glicerina. Para este efecto resultan apropiados los hidrocarburos o compuestos orgánicos polares. Son apropiados por ejemplo alcoholes, éteres, ésteres, cetonas o nitrilos, preferentemente aquellos que hierven a lo menos a 20°C, preferentemente hasta a 100°C por debajo del monoglicérido respectivo, de manera que se pueden separar fácilmente por destilación del monoglicérido en ellos disuelto. Como particularmente utilizable se ha demostrado el alcohol diacetónico.
- 20.
- 25.
- 30.

229831

14



E J E M P L O 1.

- Se utiliza el utillaje representado en el dibujo, cuyo matraz 1 está provisto de un capilar de ebullición, un termómetro y un embudo cuentagotas. En los aparatos evacuados se
5. incorpora por aspiración a través del tubo 10, primero, la glicerina necesaria para que ésta llene totalmente el tubo 16c. Entonces se introduce por aspiración posterior alcohol diacetónico hasta que la capa límite entre alcohol diacetónico y glicerina quede situada algo por encima de la unión entre los tubos 8 y 16c. La glicerina desplazada del tubo 8
10. circula por el grifo 18 y las porciones parciales de tubo 16d y 16e hacia el matraz 1. En este matraz se introduce una mezcla de 150 g de glicerina, 100 g de monoglicérido y 1 g de óxido de cinc. Seguidamente se calienta hasta alcanzar una
15. presión de 5 mm de Hg y hasta que pasa, a una temperatura de aproximadamente 165°C, una mezcla de vapor de glicerina-monoglicérido que es condensada en el refrigerante 6. Entonces se
20. adiciona a gotas, en el transcurso de 8 horas, 300 g de aceite de coco (cifra de acidez = 0.2, cifra de saponificación = 256, cifra de yodo = 8.0) y 150 g de glicerina. En el matraz se realiza la reesterificación, y el monoglicérido formado es expulsado mediante vapor de glicerina. El condensado que va llegando al embudo colector 12 va saliendo a través del orificio 15 del tubo del embudo, circulando a lo largo de
25. la espiral de cristal 14 a través de la capa de disolvente, en la que la glicerina es liberada de monoglicérido, retornando por el tubo 16 al matraz. Después de que el líquido de extracción ha alcanzado un contenido en monoglicérido de
30. aproximadamente 20%, se cierra el grifo 18, se aspira glicerina por 17 bajo el vacío que se encuentra en el utillaje, y



se hace circular el disolvente a través del grifo 11 hacia un colector al vacío. Tan pronto como todo el disolvente que contiene monoglicérido esté desplazado, se introduce por aspiración a través del grifo 11 disolvente fresco, separando por aspiración a través del grifo 17 otra vez la glicerina utilizada para el desplazamiento del disolvente. Tan pronto como el disolvente haya alcanzado su estado antiguo, son cerrados los grifos 11 y 17 y es abierto el grifo 18.

5.

10.

De la mezcla de monoglicérido-alcohol diacetónico se elimina por evaporación al vacío el disolvente, a temperaturas superiores a  $140^{\circ}$ ; los últimos restos son expulsados por tratamiento con vapor de agua recalentado.

15.

De este modo se obtiene, a base de 300 g de éster de ácido graso, 430 g de monoglicérido (sin el monoglicérido primitivamente adicionado) con los índices: cifra de acidez = 3, cifra de saponificación = 196, cifra de yodo = 1.8.

#### E J E M P L O 2.

20.

El matraz es cargado con 400 g de glicerina, 100 g de un producto de transposición de 1 mol de alcohol laurílico con 8 moles de óxido de etileno y 1 g de óxido cálcico. El tubo 8 y el conducto de retorno de glicerina 16 están cargados con glicerina. Se evacúa a aproximadamente 10 mm de Hg y se calienta durante el tiempo necesario para que se destile la glicerina a aproximadamente  $176^{\circ}\text{C}$ . Seguidamente se adiciona a gotas, del embudo cuentagotas, paulatinamente, 300 g/h de aceite de coco (cifra de acidez  $< 2$ ) y aproximadamente 100 g/h de glicerina en substitución de la glicerina gastada en la reesterificación. En el transcurso del tiempo se forma en el colector 7 y el tubo 8 una capa de monoglicérido que es eliminada de vez en cuando -como se describe en el ejemplo 1-

25.

30.

229831

14



del utillaje, siendo reemplazada parcialmente por glicerina.

El monoglicérido extraído del colector 7, contiene aproximadamente 20% de glicerina.

5. Una vez terminada la reacción se hace circular, para la eliminación de glicerina, a una temperatura de unos 160°C, durante tres horas, vapor de agua recalentado a través del producto reaccional. La cantidad principal de la glicerina se destila. Una reducida cantidad de los monoglicéridos de los ácidos caprónico y caprílico, presentes en la mezcla, van pasando en la destilación igualmente. El producto remanente presenta aun aproximadamente 3% de glicerina libre, una cifra de saponificación de 186 y una cifra de acidez de 2.3.
- 10.

E J E M P L O 3.

15. En una instalación de destilación al vacío con retorta de destilación, refrigerante, separador intercalado, recalentador y colector para monoglicérido, son llevados a reacción en el matraz de destilación con capacidad de 5 m<sup>3</sup>, una mezcla a base de 1.6 kg de poliglicerina (cifra de hidroxilo = 1245), 500 kg de grasa de coco neutra, 900 kg de glicerina (peso específico 1.263-1.2645), 100 kg de monoglicérido de ácido graso de coco como emulgente y 10 kg de óxido de cinc a 180°C, siendo destilados a un vacío de 10 mm de Hg.
- 20.

25. Al cabo de un tiempo inicial de 1-2 horas pasa, destilando bajo las condiciones indicadas, una mezcla de 9 partes de glicerina y 1 parte de monoglicérido de ácido graso de coco. En el colector de separación conectado detrás del refrigerante se separa la mezcla de glicerina-monoglicérido a una temperatura de 80-130°C en dos capas, de las que la inferior contiene la glicerina y la superior el monoglicérido. La glicerina retorna del colector separador continuamente a la retorta.
- 30.

229831

14 J



- ta de destilación y el monoglicérido al colector conectado detrás para el monoglicérido, desde donde puede ser extraído separadamente, sin interrumpir la destilación. Según la cantidad del monoglicérido destilado se incorpora posteriormente
5. por aspiración a la retorta de destilación grasa neutra y glicerina, para que la proporción cuantitativa primitivamente aplicada de los componentes reaccionales queda mantenida durante la destilación. El monoglicérido obtenido entonces es liberado de la glicerina disuelta en el mismo y de reducidas
10. fracciones de ácido graso libre. Se obtiene una sustancia incolora e inodora, a modo de grasa, con una cifra de saponificación de 193-195 con las conocidas propiedades emulgentes.

La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo en la descripción, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.

229831

14 JUL



N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad alemana nº H 24 428 IVd/12 del 16 de Julio de 1955.

5. 1. Procedimiento para la preparación de monoglicéridos, caracterizado porque se destila los monoglicéridos de mezclas que contienen monoglicérido, obtenidas de modo conocido, con ayuda de glicerina como vapor portante.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se elabora ulteriormente mezclas que contienen monoglicérido obtenidas por reesterificación de ésteres carboxílicos y glicerina.
15. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se destila los monoglicéridos inmediatamente después de su formación a base de ésteres carboxílicos y glicerina, con glicerina como vapor portante.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se hace retornar la glicerina separada después de la condensación de monoglicérido, al matraz de destilación.
25. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se opera con vapor de glicerina recalentado.
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se produce el vapor de glicerina recalentando por calentamiento de mezclas que contienen glicerina,

228831

14 JUL



monoglicéridos y poliglicerina.

7. Procedimiento para la preparación de monoglicéridos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diecinueve hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara, acompañadas de una lámina de dibujos.

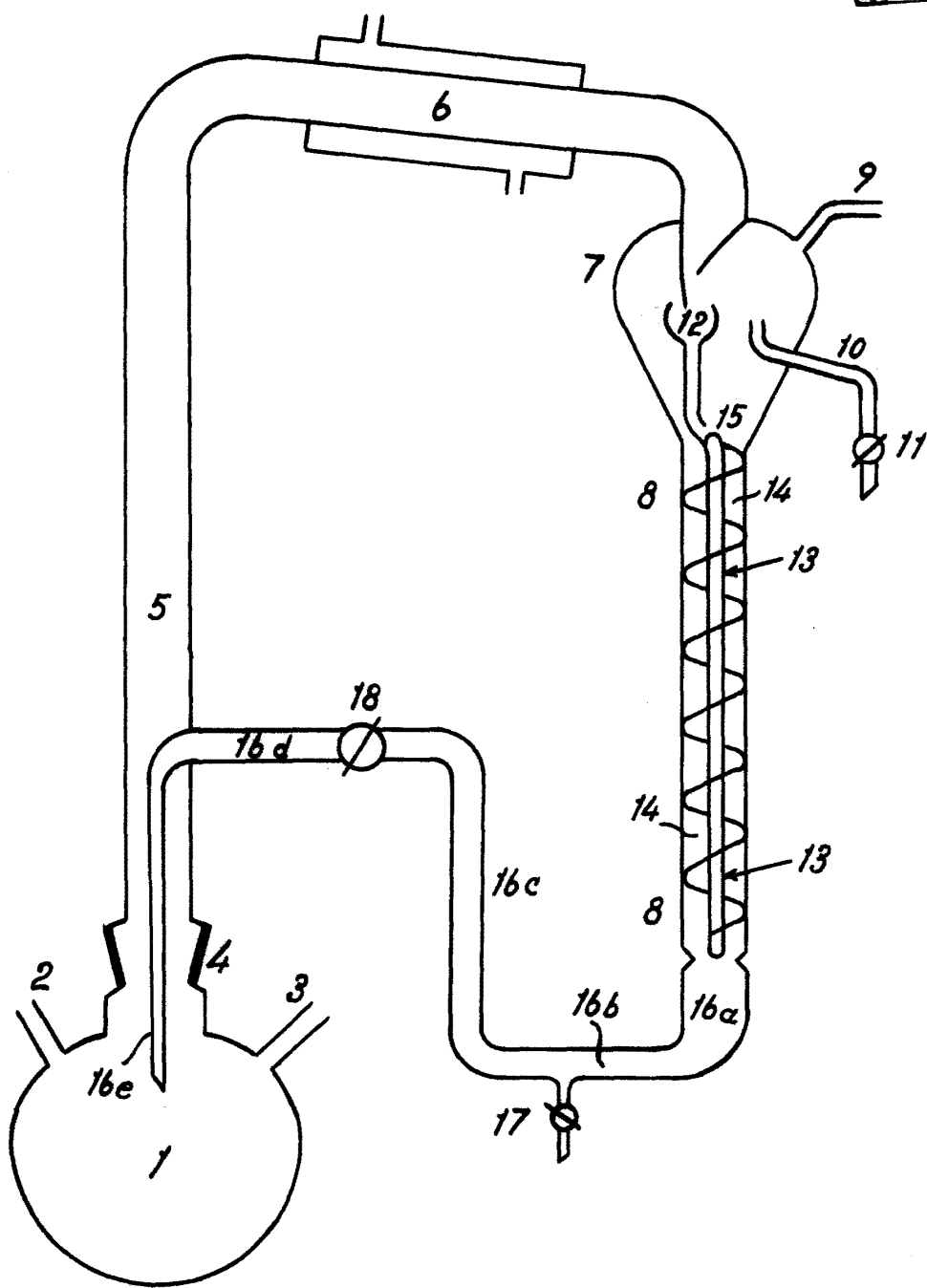
Madrid, a 14 de Julio de 1956.

HENKEL & Cie. GmbH.

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES

P. P.



Madrid, 14 JUL. 1956  
Jaime Isern

P.p.