



254639

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACIÓN DE MEZCLAS DE ÁCIDOS GRASOS EN COMPONENTES DE DIFERENTES PUNTOS DE FUSIÓN", a fa-  
vor de la firma alemana HENKEL & CIE. G.m.b.H., domiciliada  
en DÜSSELDORF-HOLTHAUSEN (Alemania), Henkelstrasse, 67.

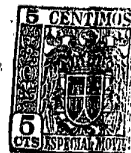
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Los ácidos grasos de origen natural o sintético, las  
más de las veces, se presentan como mezclas de ácidos gra-  
sos, cuyos individuos aislados se distinguen unos de otros  
por sus puntos de fusión.

5. Una ventaja del procedimiento de esta solicitud con-  
siste en el hecho de que no es necesario operar con disol-  
ventes orgánicos.

Una ventaja ulterior del procedimiento consiste en  
que no se necesitan prensas hidráulicas para llevarlo a ca-  
bo.



254639

5. Una ventaja ulterior consiste en el hecho de que no se separa mediante filtración los ácidos grasos sólidos de los líquidos. Como es sabido, los cristales de ácidos grasos son relativamente blandos y deformables, razón por la cual pueden ser separados sólo difícilmente por filtración de los ácidos grasos líquidos.
- Una ventaja ulterior del procedimiento según la invención consiste en que resulta muy particularmente apropiado para su realización continua.
10. El procedimiento consiste en separar una dispersión de los ácidos grasos a separar en una solución acuosa de sustancias que presentan actividad capilar, a temperaturas a las que una parte de las partículas de ácido graso está presente como líquido, otra parte de las partículas de ácido graso como sustancia sólida, en una centrifuga totalmente blindada de pared enteriza, o imperforada en dos partes en las que la más pesada consiste en la solución acuosa de sustancias que presentan actividad capilar, con partículas suspendidas en la misma de los componentes sólidos de ácido graso, y la más ligera en componentes líquidos de ácido graso, en sacar de la centrifuga las dos partes separadamente, y en separar la solución acuosa de las partículas suspendidas de ácidos grasos sólidos.
- 15.
20. Como material de partida pueden ser elaboradas mezclas de ácidos grasos de origen natural o sintético. Por mezclas de ácidos grasos de origen natural son entendidas las mezclas obtenidas a base de ésteres que existen en la naturaleza, de mezclas de ácidos grasos. Los ésteres existentes naturalmente pueden ser obtenidos a base de animales marítimos o terrestres, o bien de partes de plantas. Los é
- 25.
- 30.



254639

- terres pueden ser disociados con ayuda de agua o de vapor de agua, o ser saponificados con ayuda de lejía, habiendo sido liberados los ácidos grasos de los jabones formados con ayuda de ácidos. Las mezclas de ácidos grasos de origen sintético pueden ser obtenidos mediante oxidación de parafinas naturales o sintéticas y aislamiento de los ácidos grasos de la mezcla de oxidación, o mediante oxidación de alcoholes, como se presentan, por ejemplo, en la hidrogenación de óxido de carbono. También por oxidación de los productos que son obtenidos en la acumulación de óxido de carbono e hidrógeno a olefinas, son obtenidas mezclas de ácidos grasos que pueden ser separadas con arreglo al procedimiento según la invención. Sin embargo, no se limita el procedimiento a las mezclas de ácidos grasos obtenidas de acuerdo con los procedimientos aquí indicados, sino es aplicable a todas las mezclas de ácidos grasos que hayan sido obtenidas según cualquier procedimiento.

- En la preparación de la dispersión se puede partir de una mezcla de ácidos grasos totalmente fundidas, o de una más o menos solidificada. Para llevar a cabo el nuevo procedimiento, la mezcla de ácidos grasos a separar debe estar presente en una consistencia que permita a la solución acuosa de sustancias de actividad capilar, desplazar los ácidos grasos líquidos de la superficie de los sólidos.

- Si se parte de una mezcla de ácidos grasos más o menos solidificada, entonces se debe desmenuzar esta mezcla mediante tratamiento mecánico, por ejemplo haciéndola pasar a presión a través de tamices, por empleo de mecanismos agitadores o laminadores, máquinas de emulsionar, molinos de batidores en cruz, de espigas percutadoras de clavijas o



254639

púas, de martillos, de discos dentados, de discos percutados, u otros mecanismos trituradores o de cuchillas, o aparatos de desmenuzamiento. Después de este desmenuzamiento los ácidos grasos sólidos están presentes en forma de menudas partículas no unidas entre sí.

5. Si se parte de mezclas de ácidos grasos fundidas, entonces primero se deben dejar solidificar éstas en parte. Convenientemente se las enfría al efecto a la temperatura a la que se desea llevar a cabo la separación. La solidificación puede ser efectuada en reposo o en movimiento. Para la solidificación en reposo, los ácidos grasos fundidos pueden ser vertidos en moldes, de los cuales una vez solidificados son sacados y desmenuzados de tal manera como ha sido descrito antes para las mezclas de ácidos grasos sólidas.
10. Pero también se pueden conducir las mezclas de ácidos grasos líquidas sobre cilindros refrigeradores en los que se solidifican reposando en la superficie del cilindro refrigerador. La capa de la mezcla de ácidos grasos solidificada es raspada del cilindro refrigerador y desmenuzada del modo descrito en la elaboración de los ácidos grasos sólidos.
15. También se pueden dejar enfriar las mezclas de ácidos grasos líquidas bajo agitación en recipientes apropiados. Como apropiado se ha mostrado un tubo refrigerado desde el exterior, en el cual es continuamente separada mediante raspador la capa de componentes de ácido graso que se están solidificando que se va depositando en la pared.
20. La solidificación puede tener lugar paulatinamente, es decir en el transcurso de varias horas, o rápidamente, o sea dentro de menos que un minuto. También puede efectuarse en presencia de compuestos orgánicos líquidos adicionales,
25. 30.



254600

- como por ejemplo hidrocarburos, alcoholes, ésteres, o ácidos carboxílicos. Preferentemente se utilizan compuestos orgánicos líquidos que en virtud de sus propiedades físicas, como solubilidad o punto de ebullición pueden ser fácilmente separados otra vez de los ácidos grasos obtenidos. Como líquido de adición resultan particularmente apropiados los ácidos grasos líquidos que se presentan en el procedimiento, ante todo, cuando la mezcla de ácidos grasos a separar contiene pocos componentes líquidos. Como adición de los ácidos grasos líquidos que se presentan en el procedimiento, queda suprimida la necesidad de recuperación.
5. Como líquido de adición resultan particularmente apropiados los ácidos grasos líquidos que se presentan en el procedimiento, ante todo, cuando la mezcla de ácidos grasos a separar contiene pocos componentes líquidos. Como adición de los ácidos grasos líquidos que se presentan en el procedimiento, queda suprimida la necesidad de recuperación.
10. Como adición de los ácidos grasos líquidos que se presentan en el procedimiento, queda suprimida la necesidad de recuperación.

- Si se copula las mezclas así obtenidas de ácidos grasos sólidos, finamente dispersados y de ácidos grasos líquidos, con una solución acuosa de sustancias de actividad capilar, entonces los ácidos grasos líquidos son desplazados de la superficie de los sólidos y se obtiene una dispersión de finas partículas de ácidos grasos líquidos y sólidos separados entre sí en la solución de las sustancias de actividad capilar. Las mezclas de ácidos grasos a separar pueden ser sacudidas con las soluciones acuosas de sustancias de actividad capilar, ser agitadas, o ser puestas en contacto íntimo de otro modo. En muchos casos es ventajoso utilizar a este efecto dispositivos de homogeneización o de emulsiónamiento de construcción de por sí conocida. Frecuentemente es posible llevar a cabo el desmenuzamiento de las mezclas de ácidos grasos, la adición eventual de compuestos orgánicos líquidos, así como la dispersión en las soluciones acuosas mencionadas de actividad capilar, en una fase de trabajo. Una modificación ulterior del procedimiento consiste en mezclar la mezcla fundida de los ácidos gra-
15. entonces los ácidos grasos líquidos son desplazados de la superficie de los sólidos y se obtiene una dispersión de finas partículas de ácidos grasos líquidos y sólidos separados entre sí en la solución de las sustancias de actividad capilar. Las mezclas de ácidos grasos a separar pueden ser sacudidas con las soluciones acuosas de sustancias de actividad capilar, ser agitadas, o ser puestas en contacto íntimo de otro modo. En muchos casos es ventajoso utilizar a este efecto dispositivos de homogeneización o de emulsiónamiento de construcción de por sí conocida. Frecuentemente es posible llevar a cabo el desmenuzamiento de las mezclas de ácidos grasos, la adición eventual de compuestos orgánicos líquidos, así como la dispersión en las soluciones acuosas mencionadas de actividad capilar, en una fase de trabajo. Una modificación ulterior del procedimiento consiste en mezclar la mezcla fundida de los ácidos gra-
20. pueden ser sacudidas con las soluciones acuosas de sustancias de actividad capilar, ser agitadas, o ser puestas en contacto íntimo de otro modo. En muchos casos es ventajoso utilizar a este efecto dispositivos de homogeneización o de emulsiónamiento de construcción de por sí conocida. Frecuentemente es posible llevar a cabo el desmenuzamiento de las mezclas de ácidos grasos, la adición eventual de compuestos orgánicos líquidos, así como la dispersión en las soluciones acuosas mencionadas de actividad capilar, en una fase de trabajo. Una modificación ulterior del procedimiento consiste en mezclar la mezcla fundida de los ácidos gra-
25. Frecuentemente es posible llevar a cabo el desmenuzamiento de las mezclas de ácidos grasos, la adición eventual de compuestos orgánicos líquidos, así como la dispersión en las soluciones acuosas mencionadas de actividad capilar, en una fase de trabajo. Una modificación ulterior del procedimiento consiste en mezclar la mezcla fundida de los ácidos gra-
30. to consiste en mezclar la mezcla fundida de los ácidos gra-

254639



5. sos a separar con la solución acuosa de las sustancias de actividad capilar y en efectuar el enfriamiento mediante tratamiento mecánico. El tratamiento mecánico puede llevarse a cabo del mismo modo que ha sido descrito para el enfriamiento de las mezclas de ácidos grasos fundidas, o para la preparación de la dispersión. De este modo pueden ser obtenidos los ácidos grasos sólidos en distribución particularmente fina.

10. La fase acuosa ha de tener una buena aptitud de humectación para humedecer la superficie de los componentes sólidos de ácidos grasos, para desplazar componentes de ácidos grasos líquidos adheridos a la misma, debiendo presentar, además, una buena aptitud de emulsiónamiento para emulsionar los componentes de ácidos grasos separados entre sí, o bien para dispersarlos. Por otra parte, también debe ser fácilmente separable la dispersión obtenida. La proporción correcta entre las aptitudes de humectación y de emulsiónamiento de la fase acuosa y la estabilidad de la dispersión obtenida es influida por la naturaleza y cantidad de las substancias de actividad superficial seleccionadas, así como por electrolitos, disolventes orgánicos y/o bien coloides protectores, eventualmente adicionados. Esto hace posible una mejora del efecto de separación con disminución de la concentración de los compuestos de actividad superficial en la solución acuosa.

15.

20.

25.

30. Por materias de actividad superficial, de las cuales es conocido un gran número de tipos más diversos y que se encuentran en el mercado, han de entenderse compuestos orgánicos que en la molécula contienen grupos hidrófobos e hidrófilos y que, añadidos al sistema, reducen la tensión



254639

- superficial límite entre ácido graso y fase acuosa. Los compuestos de esta naturaleza contienen radicales hidrocarburo no aromáticos con 8 - 20, preferentemente 10 - 18 átomos de carbono, y grupos hidrosolubilizadores que forman y que no forman sales. Como grupos hidrosolubilizadores entran en consideración, por ejemplo, acumulaciones de grupos hidroxilo libres, cadenas de poliéteres, grupos de semiésteres sulfónicos y sulfúricos y otros. Como ejemplos para materias de actividad superficial con grupos ácidos hidrosolubilizadores se indica sulfonatos de alquilbenceno, sulfatos alcohólicos, sulfonatos de alquilo, monoglicéridos de ácidos grasos sulfatados, así como jabones, entre éstos, ante todo, los jabones de bases orgánicas, como por ejemplo de la mono-, di-, o trietanolamina que no puedan ser producidos sino al elaborar ulteriormente las mezclas de ácidos grasos mediante adición de materias apropiadas que presentan reacción alcalina. Substancias de actividad superficial con grupos básicos hidrosolubilizadores son conocidas asimismo bajo la denominación de "substancias cationactivas"; a ellas pertenecen, ante todo, las sales de alquilpiridinio o sales de trialkilamonio. Como ejemplos para substancias de actividad superficial con grupo hidrosolubilizador que no forma sal se citan productos de acumulación de óxido de alquileo de compuestos de peso molecular más elevado con átomo de hidrógeno lábil, por ejemplo los éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o alquifenoles, así como ésteres poliglicólicos de ácidos grasos. A ellos pertenecen asimismo los compuestos con varios grupos hidroxilo solubilizadores en la molécula, como por ejemplo éteres parciales de alcoholes superiores o ésteres parciales de ácidos grasos con alcoholes polivalen-
5.  
10.  
15.  
20.  
25.  
30.



254679

tes, o los productos de eterificación interiores o exteriores de los mismos. Medios emulsionantes conocidos de esta naturaleza son los monoglicéridos de ácido graso, así como los ésteres de ácido graso de la sorbita, o de sus éteres internos.

5.

La concentración de las sustancias de actividad capilar a utilizar es distinta según las propiedades de actividad capilar de las mismas. Por regla general se lograrán resultados utilizables con una concentración de 0,1 - 5% en sustancia activa. A la solución pueden ser adicionadas

10.

también sales hidrosolubles, como vg. cloruros, nitratos o sulfatos alcalinos; además sales hidrosolubles de metales bi- o trivalentes, por ejemplo de calcio, magnesio, o aluminio. Mediante adiciones de esta naturaleza pueden ser in-

15.

fluídas las propiedades de las sustancias de actividad capilar. Naturalmente no se deben añadir sales que producen con las sustancias de actividad capilar precipitaciones insolubles. La cantidad de las soluciones acuosas de sustancias de actividad capilar es aplicada dentro de límites de

20.

unas 0,5 a 5 partes de agua por una parte de mezcla de ácidos grasos.

Por coloides protectores, que pueden ser adicionados a la fase acuosa, han de entenderse sustancias inorgánicas u orgánicas, solubles en agua, hinchables o insolubles que están en condiciones de aumentar la viscosidad de

25.

la fase acuosa. Coloides protectores inorgánicos son por ejemplo arcillas hinchantes, ácido silícico microcristalino y un gran número de precipitaciones mucilaginosas o tomentosas que en el agua a menudo quedan suspendidas en forma coloidal o que se depositan sólo lentamente. Coloides protec

30.



254639

- tores orgánicos pueden ser de origen natural o sintético. De origen natural son por ejemplo las colas, gelatina u otros albuminoides, tragacanto, pectinas, alginatos, etc. A los coloides protectores de origen sintético pertenecen los
5. éteres poliglicólicos de elevado peso molecular, líquidos o céreos, poliacrilatos, glicolatos celulósicos, metilcelulosas, etc. Por el número de grupos hidrosolubilizadores presentes en la molécula, así como por grupos funcionales no hidrófilos, eventualmente presentes, pueden ser influidas
10. las propiedades de las materias coloidales. Como ejemplos se indican los polimerizados mixtos de ácido metacrílico y ésteres metacrílicos, así como glicolatos de la etoxicelulosa. Además han de mencionarse los productos de condensación de formaldehído de fenoles, melamina o urea, particularmente,
15. si no se trata de condensados endurecibles que en la molécula contienen grupos hidrosolubilizadores, por ejemplo grupos de ácido sulfónico.

- Muy en general son de importancia particular los coloides protectores que contienen en la molécula grupos que
20. forman sales.

- La concentración de los coloides protectores en la fase acuosa puede oscilar dentro de amplios límites. La concentración mínima está situada a alrededor del 0,5%; la concentración máxima es determinada por las propiedades del
25. coloide, particularmente de su efecto de incrementar la viscosidad, pudiendo variar entre 1 y 5%.

- Como la concentración de las materias disueltas o suspendidas en la fase acuosa es variable, también lo es la cantidad de esta solución en proporción a la cantidad de la
30. mezcla de ácidos grasos. La cantidad de la solución acuosa

254639



de las sustancias de actividad superficial, por regla general, es 0,5 a 5 veces la cantidad de la mezcla de ácidos grasos, si bien en casos especiales pueden ser aplicadas asimismo proporciones cuantitativas que difieren de ello.

5. Mediante ensayos preliminares se puede establecer fácilmente las cantidades óptimas en sustancias de actividad superficial, compuestos orgánicos líquidos, electrolitos, coloides protectores, así como la modalidad de tratamiento y la finura del desmenuzamiento con la solución acuosa de las sustancias de actividad superficial. En variación de los procedimientos descritos se pueden incorporar, para la preparación de la dispersión, también las sustancias de actividad superficial en la mezcla de ácidos grasos y dispersar ésta en agua o soluciones acuosas.
- 10.
15. Se ha mostrado que la modalidad de preparar la dispersión de ácidos grasos influye en el efecto separador. Se logran resultados particularmente favorables, dispersando primero la mezcla de ácidos grasos en una solución de mojantes más concentrada, adicionando a la dispersión formada agua, o una solución acuosa más diluída con respecto a la concentración de mojantes, y elaborando esta dispersión ulteriormente del modo descrito. Con esta modalidad operativa se obtiene un efecto separador más bueno, como si se se para la dispersión primaria sin dilución ulterior, o si se dispersa la mezcla de ácidos grasos a separar inmediatamente en la solución de mojantes de concentración más reducida. Para esta finalidad se reúne la mezcla de ácidos grasos con arreglo a uno de los métodos descritos con 0,2 a 1 de la cantidad en peso, de una solución de mojante concentrada y se diluye ulteriormente la dispersión formada con solución de
- 20.
- 25.
- 30.



254639

- mojante más diluída de modo correspondiente, o con agua. Si se utilizan soluciones de mojante que contienen electrolitos o materias coloidales, entonces la concentración de las mismas en la solución de mojante concentrada, aplicada en
5. primer lugar y el medio de dilución ulteriormente adicionado puede ser potestativamente ajustada. La dilución generalmente puede ir tan lejos que en la dispersión terminada esté presente 0,5 a 4 veces el peso de solución acuosa referido al peso de la mezcla de ácidos grasos a separar. No
10. hace falta efectuar la dilución a la temperatura de separación, puede tener lugar también a temperaturas más altas. El enfriamiento de la dispersión, primariamente formada, o ya diluída, puede efectuarse en el aparato de enfriamiento con rascador, un tubo refrigerado, cuya pared interior es
15. pasada por raspadores, siendo mantenida de este modo libre de depósitos. En lugar del tubo pueden ser utilizados para la misma finalidad también dispositivos de cristalización de por sí conocidos que están equipados con agitadores o rascadores mecánicos.
20. La separación de la dispersión de la mezcla de ácidos grasos en la solución acuosa de sustancias de actividad capilar es llevada a cabo mediante centrifugado. Como centrífugas son utilizadas centrífugas totalmente blindadas de pared imperforada que se distinguen de las centrífugas
25. de tamiz, porque la fase sólida no es retenida por un tamiz o filtro, sino las dos fases se separan sólo en virtud de su peso específico. Los dibujos adjuntos proporcionarán una idea del modo de funcionar de la centrífuga y caracterizará diversos tipos de centrífugas, sin que la aplicación
30. de este procedimiento quede limitada a las clases especia-



254629

- les de centrífugas ilustradas en las figuras. La figura 1 representa una centrífuga que consiste en la jaula de centrífuga 1 que está conectada con un árbol 2. Al poner en marcha la centrífuga es cargada a través de la boca de entrada la fase más pesada, es decir una solución acuosa de sustancias de actividad capilar, en la centrífuga a marcha rápida. La solución es lanzada a la pared vertical 4 de la jaula de centrífuga 1. Convenientemente es introducida en la centrífuga en tal cantidad que la solución es evacuada a través del tubo con rascador 8. Tan pronto como ello se produce se carga en la centrífuga la dispersión de componentes de ácido graso líquidos y sólidos en la solución acuosa de sustancias de actividad capilar. Esta es lanzada igualmente contra la pared, donde se separa en la fase más pesada 5 y la fase menos pesada 6. En la parte superior de la centrífuga se encuentra el anillo 7 que deja libre una hendidura anular en la pared vertical 4, a través de la cual la fase más pesada puede penetrar en el tubo con rascador 8. La fase más ligera 6 es impedida por el anillo 7 de cubrir también encima de este anillo la fase más pesada 5. La fase más ligera 6 es eliminada de la centrífuga a través del tubo con rascador 9. Otra centrífuga utilizable está representada en la figura 2. Consiste en el cuerpo de centrífuga tubular 10, en el cual es introducida a través del tubo 11 desde abajo la dispersión a separar. Esta se separa en la fase más pesada 12 y la fase más ligera 13. En la porción superior de la centrífuga las dos fases son separadas una de la otra por el anillo 14. La fase más pesada circula alrededor del anillo 14 en el tubo 15 que está conectado con el cuerpo de la centrífuga, siendo lanzado al exterior
5.  
10.  
15.  
20.  
25.  
30.



254633

a través del tubo 16. Con el anillo 14 está conectado el tubo 17, a través del cual circula la fase más ligera 13 hasta el tubo de salida 18, donde es lanzada al exterior.

Otro tipo de centrífuga está ilustrado en la figura

5. 3. La centrífuga consiste en el cuerpo de centrífuga 19, en el cual es introducida desde abajo a través del tubo 20 la dispersión a separar. Esta se separa en la fase más pesada 21 y la fase más ligera 22. La fase más pesada abandona el cuerpo de centrífuga a través del orificio 23 que se encuentra en el extremo superior de la camisa de cilindro. Al extremo superior del cuerpo de centrífuga está aplicada la pieza 24 en la que entra la fase más ligera 22 a la que abandona a través del orificio 25. Al operar con esta construcción -en contraposición a las representadas en las figuras 1 y 2- hay que cuidarse rigurosamente de que la cantidad en dispersión alimentada a través del tubo 20 sea tan grande que la capa de límite entre la fase ligera y la pesada no quede situada demasiado cerca de los orificios de salida 23 y 25. Las centrífugas a utilizar también pueden estar equipadas de inserciones de platos.
- 10.
- 15.
- 20.

- En todas las centrífugas de este tipo la dispersión introducida, a base de componentes de ácidos grasos sólidos y líquidos y solución acuosa de sustancias de actividad capilar, es separada en una fase más pesada consistente en una suspensión de los componentes de ácidos grasos sólidos en agua, y en una fase más ligera, a cuyo efecto la última consiste en los componentes de ácidos grasos líquidos.
- 25.

- Como sea que el peso específico de los componentes de ácidos grasos sólidos está situado entre el peso específico de la solución acuosa de sustancias de actividad capi
- 30.

254639



- lar y el de los componentes de ácidos grasos líquidos, hubiese sido de esperar que los componentes de ácidos grasos sólidos en la centrífuga se encuentren en parte en la solución acuosa, pero en parte en los componentes de ácidos grasos líquidos. En este caso habría sido imposible una separación en procedimientos continuos, ya que con disminución de las fases más ligeras y más pesada e introducción de ulteriores cantidades de dispersión en la centrífuga, la capa central de componentes de ácidos grasos sólidos y líquidos, cuya formación hubiese sido de esperar con seguridad, en virtud de los pesos específicos de los componentes individuales de la mezcla a separar habría venido haciéndose cada vez más grande, ocupando finalmente todo el espacio de la centrífuga. De hecho no tiene lugar en la centrífuga ninguna concentración de una capa central de esta naturaleza, sino la mezcla se separa completamente en las dos fases descritas. Esta reflexión muestra lo sorprendente en la presente invención.
20. Reducidas cantidades en disolventes fácilmente hirvientes que pueden estar contenidas en los componentes de ácidos grasos separados, pueden ser eliminadas mediante calentamiento. Los ácidos grasos sólidos pueden ser separados mediante filtración, o por calentamiento de la suspensión a temperaturas superiores al punto de fusión de los ácidos grasos sólidos de la solución acuosa. La solución acuosa de sustancias de actividad capilar puede ser utilizada para la preparación de nuevas cantidades en dispersiones de la mezcla de ácidos grasos a separar.
30. Las propiedades de los componentes de ácidos grasos líquidos o sólidos, particularmente el punto de solidi-

254639



5. ficación de las porciones líquidas y el punto de fusión de las sólidas, dependen de la temperatura de la dispersión durante el centrifugado. Si se funde la mezcla de ácidos grasos antes del emulsionamiento en la solución de sustancias de actividad capilar, dejándola solidificarse, entonces se puede seleccionar ya en este sitio la temperatura final de la mezcla de tal manera que las porciones con punto de fusión bajo que ya no deben estar presentes en los ácidos grasos sólidos, estén presentes como líquidos. El punto de fusión de los componentes de ácidos grasos sólidos separados y los puntos de enturbiamiento o bien de solidificación de los líquidos dependen, además del tratamiento previo de la mezcla de ácidos grasos a separar, de la temperatura a la que se efectúa la elaboración de la dispersión de la mezcla de ácidos grasos en la solución acuosa de sustancias de actividad capilar.

10. Después de terminada la separación, las fracciones líquidas, o bien sólidas, pueden ser otra vez separadas a temperatura aumentada o disminuída de la manera descrita mediante tratamiento con una solución acuosa de sustancias de actividad capilar y por centrifugado en fracciones líquidas y sólidas. Entonces se obtienen ácidos grasos sólidos con punto de fusión aumentado y ácidos grasos líquidos con punto de enturbiamiento y de solidificación disminuídos.

15. Si se desea separar los ácidos grasos líquidos a temperaturas normales, obtenidos según el procedimiento descrito, otra vez en componentes de puntos de fusión más bajo y más alto, entonces se puede presentar el caso que la mezcla de ácidos grasos, o bien su dispersión acuosa, tiene que ser elaborada a temperaturas debajo de 0°C. En este ca



254633

- so han de utilizarse soluciones de mojantes, cuyo punto de congelación está situado más bajo, por ejemplo a temperaturas de  $-2$  a  $-30^{\circ}\text{C}$ , preferentemente a  $-2$  a  $-20^{\circ}\text{C}$ . Una depresión de punto de fusión de esta índole puede ser lograda en
5. parte por adición de cantidades correspondientes de electrolitos, si bien su empleo a menudo es contraproducente, puesto que las cantidades a utilizar de electrolito pueden influir de un modo desfavorable en el estado de dispersión de los ácidos grasos sólidos y líquidos en la solución de mo-
10. jantes acuosa. Resultan más apropiadas sustancias orgánicas hidrófilas hidrosolubles, pero no solubles en los ácidos grasos que no son electrolitos. A este grupo pertenecen los alcoholes hidrosolubles, ante todo, los alcoholes polivalentes, sus éteres o ésteres. De importancia particular son los alcoholes con 2 - 6 átomos de carbono en la molécula o sus derivados, vg. los etilenglicoles, propilenglicoles, poliglicoles líquidos o sólidos, glicerina, poliglicerinas, pentitas o hexitas, o sus productos de hidrodissociación inter- o intramolecular. La cantidad de la adición
15. a la solución de mojantes ha de ser adaptada a la depresión de punto de fusión, quedando situada dentro del orden de 5 - 50% en peso referido a la solución de mojantes total.
- 20.

- La variación descrita en último lugar, del procedimiento de separación según el invento, no sólo es aplicable
25. a los ácidos grasos líquidos, separados a temperaturas normales, sino más allá de ello a las mezclas de ácidos grasos de cualquier origen, en lo esencial insolubles en agua, cuyos componentes de punto de fusión más bajo presentan un punto de fusión en el orden de  $0^{\circ}\text{C}$ , o debajo del mismo. Como
30. ejemplos de materiales de partida de esta naturaleza se



254639

indican por ejemplo ácidos grasos que contienen solamente cantidades reducidas, acaso un 5 - 20% en peso en porciones saturadas, vg. oleína, o ácidos grasos a base de plantas, o de animales del mar, etc.

5. EJEMPLO 1

Se hace pasar ácido graso de sebo (cifra de acidez = 205; cifra de saponificación = 206; cifra de yodo = 59) a 22°C mediante tornillo sin fin transportador a presión a través de un molino de excéntrico de expulsión y seguidamente a través de un tamiz fino, y luego se amasa intensamente con la mitad de la cantidad ponderal de una solución acuosa que contiene 0,5% de la sal sódica de un sulfato alcohólico graso de la longitud de cadena C<sub>12</sub> - C<sub>14</sub>, 2% de NaCl y 0,5% de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a la misma temperatura. La dispersión formada de partículas de ácidos grasos sólidos y líquidos en la solución acuosa seguidamente es separada a continuación por una centrífuga de pared imperforada de funcionamiento continuo, provista de tubos con rascadores de un diámetro de 30 cm y un número de revoluciones por minuto de 3000, en oleína (cifra de yodo = 82), por una parte, y por la otra, en una suspensión de estearina en la solución acuosa. Calentada a 80°C se segrega de esta suspensión la estearina (cifra de yodo = 10,2) encima de la solución acuosa como capa líquida, siendo extraída.

25. EJEMPLO 2

Una mezcla líquida a base de 80% de ácido graso de sebo (punto de solidificación : 29,8°C) y 20% de la oleína obtenida según el ejemplo 1 es enfriada continuamente de +40°C a +10°C en papilla fluída. Al efecto sirve un tubo enfriado desde el exterior, dentro del cual los brazos ras-



254639

- cadores en rotación matienen la superficie interior libre de fracciones de ácidos grasos que se solidifican. Al agitar dicha papilla con la misma cantidad de una solución acuosa de +10°C que contiene 0,5% de la sal sódica de un sulfato de alcohol graso con longitud de cadena C<sub>9</sub> - C<sub>11</sub>, 3% de NaCl y 0,5% de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, se forma una dispersión; ésta, después de su centrifugación a idéntica temperatura en una centrífuga de pared imperforada provista de tubos con rascadores (como ejemplo 1), una oleína con cifra de yodo = 83,2, punto de solidificación : 8,0°C, así como una suspensión de estearina acuosa, la cual seguidamente es calentada a 52°C y luego enfriada bajo agitación dentro de una hora a 46 - 47°C. Esta dispersión es separada en una centrífuga de camisa total que se encuentra a la misma temperatura, por una parte, en un ácido graso que se presenta como fase operatoria de retorno, con cifra de yodo = 27,1, y por la otra, en una suspensión acuosa de estearina, de la cual después de calentamiento a 80°C se segrega una estearina con la cifra de yodo = 5,1 y con un punto de solidificación de 53,1.
20. La oleína obtenida por el proceso de separación a 10°C es enfriada con la misma cantidad de la solución acuosa separada de la estearina bajo agitación a -3°C y la dispersión acuosa de ácido graso obtenida es centrifugada en una centrífuga de pared imperforada que se encuentra a la misma temperatura. De esta manera es posible separar la oleína en dos componentes con punto de solidificación +20,8°C y -5,3°C.

EJEMPLO 3

30. Acido graso de sebo líquido (punto de solidificación 38,2°C) es enfriado bajo agitación de 40°C a 20°C con la mis

254639



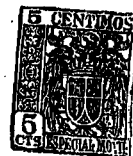
- ma cantidad de una solución acuosa que contiene 0,1% de la sal sódica de un sulfato de alcohol graso de la longitud de cadena  $C_9 - C_{11}$ , así como 0,3% de NaCl y 0,1% de  $Na_2SO_4$ . El centrifugado en una centrífuga de pared imperforada de elevado número de revoluciones, cuyo cuerpo de rotación consiste en un cilindro oblongo (diámetro 10,5 cm, 14 000 revoluciones por minuto), da como fracciones líquidas una oleína (cifra de yodo = 79); las fracciones sólidas suspendidas en la solución acuosa son segregadas mediante calentamiento a 80°C (punto de solidificación : 50,1°C).

EJEMPLO 4

- Un ácido graso de aceite de ballena endurecido o hidrogenado (cifra de acidez = 198; cifra de saponificación = 203; cifra de yodo = 42; punto de solidificación = 39,0°C) es desmenuzado en un mecanismo de cuchillas de marcha rápida a 20°C hasta consistencia pastosa, enérgicamente sacudido con la misma cantidad de la solución acuosa ya elaborada en el ejemplo 2, y la dispersión formada es centrifugada entonces en una centrífuga de pared imperforada con inserción de plato (diámetro 11 cm, 10 000 revoluciones por minuto). Los ácidos grasos sólidos separados que después del centrifugado se encuentran en la solución acuosa presentan una cifra de yodo = 16,2 y un punto de solidificación = 48,3°C.

EJEMPLO 5

- Un ácido graso de aceite de esperma hidrogenado o endurecido (cifra de acidez = 211; cifra de saponificación = 211; cifra de yodo = 61; punto de solidificación = 25,2°C) es tratado como se describe en el ejemplo 4, a +10°C con una solución acuosa compuesta como en el ejemplo 2, y la dispersión formada es separada en una centrífuga totalmente blindada



254639

- da del tipo imperforado provista de tubos con rascadores, del modo descrito en el ejemplo 1. Las porciones líquidas obtenidas tienen una cifra de yodo de 71 y un punto de solidificación de  $14,5^{\circ}\text{C}$ , mientras que las porciones sólidas presentan una cifra de yodo = 28 y se solidifican a  $44,2^{\circ}\text{C}$ .
- 5.

E J E M P L O 6

- Un ácido graso sintético, preparado mediante oxidación según Fischer-Tropsch-Gatsch (cifra de acidez = 217; cifra de saponificación = 226; cifra de yodo = 21; punto de solidificación =  $39,6^{\circ}\text{C}$ ) es calentado a  $50^{\circ}\text{C}$  y enfriado después de la adición de 5% de metanol con 5 veces la cantidad de una solución acuosa que contiene 1% de la sal sódica de un sulfonato de alquilbenceno técnico al 30% que contiene sal, bajo agitación paulatinamente a  $+20^{\circ}\text{C}$ . La dispersión obtenida de este modo es separada en una centrífuga de plato (diámetro 11 cm; 10 000 revoluciones por minuto) en un ácido graso líquido por una parte y, por la otra, en una suspensión a base de ácidos grasos sólidos en solución acuosa. Después de la separación de los restos de metanol, los ácidos grasos líquidos presentan los índices siguientes, cifra de acidez = 221; cifra de saponificación = 238; cifra de yodo = 35; punto de solidificación =  $26,3^{\circ}\text{C}$ . Los ácidos grasos sólidos que son separados mediante filtración de la solución acuosa, presentan los índices siguientes: cifra de acidez = 198; cifra de saponificación = 199; cifra de yodo = 10,8; punto de solidificación =  $52,2^{\circ}\text{C}$ .
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

E J E M P L O 7

- Un ácido graso de aceite de pescado (cifra de acidez = 196; cifra de saponificación = 198; cifra de yodo = 116; punto de solidificación =  $27,9^{\circ}\text{C}$ ) es calentado a  $30^{\circ}\text{C}$  y en-
- 30.



254639

- friado a  $+6^{\circ}\text{C}$ , bajo agitación, juntamente con la cantidad doble de una solución acuosa que contiene 5% de un éter poliglicólico de actividad capilar y 10% de  $\text{MgSO}_4$ . La dispersión formada de esta manera, después de su separación en
5. una centrífuga del tipo imperforado (como en el ejemplo 3), produce un ácido graso líquido (cifra de acidez = 191; cifra de yodo = 143; cifra de saponificación = 195; punto de solidificación =  $-0,9^{\circ}\text{C}$ ), y una suspensión de ácido graso en la solución acuosa de la que se separan los ácidos grasos sólidos por calentamiento (índices del ácido graso sólido: cifra de acidez = 201; cifra de saponificación = 205; cifra de yodo = 69; punto de solidificación =  $40,8^{\circ}\text{C}$ ).
- 10.

EJEMPLO 8

- Ácido graso de semilla de algodón (cifra de yodo = 87; punto de solidificación =  $+33,4^{\circ}\text{C}$ ) es enfriado bajo agitación dentro de 10 horas de  $40^{\circ}\text{C}$  a  $+3^{\circ}\text{C}$ , con partes iguales de una solución acuosa que contiene 0,5% de la sal magnésica de un sulfato de alcohol graso de la longitud de cadena de  $\text{C}_9$  a  $\text{C}_{11}$  y 5% de  $\text{MgSO}_4$ . La dispersión formada de
20. porciones de ácidos grasos sólidos y líquidos después de haber pasado por una máquina de emulsionamiento, a cuyo efecto la temperatura sube a  $+7^{\circ}\text{C}$ , a esta temperatura es centrifugada en una centrífuga del tipo imperforado provista de tubos rascadores como en el ejemplo 1. Las porciones líquidas separadas presentan una cifra de yodo = 117 y se solidifican a  $-0,9^{\circ}\text{C}$ . Los ácidos grasos sólidos suspendidos en la solución acuosa son calentados juntamente con la solución acuosa a  $52^{\circ}\text{C}$ , enfriados dentro de 2 horas bajo movimiento a  $48^{\circ}\text{C}$  y entonces la dispersión obtenida es separada
- 25.
30. a la misma temperatura en una centrífuga del tipo imperfora



274639

- do provista de tubos con rascadores. Aparte de las porciones líquidas a la temperatura (punto de solidificación =  $47,1^{\circ}\text{C}$ ) que sirven de marcha de retorno, es obtenida una suspensión de ácidos grasos sólidos en la solución acuosa de la que se segrega, al calentar a  $80^{\circ}\text{C}$ , un ácido graso con la cifra de yodo = 28 y un punto de solidificación de  $51,6^{\circ}\text{C}$ .

E J E M P L O 9

10. Acido graso de aceite de colza (punto de solidificación a  $18,6^{\circ}\text{C}$ ) es dispersado del mismo modo como se describe en el ejemplo 8, en la misma solución acuosa de sustancias de actividad capilar. La temperatura después del enfriamiento es de  $0^{\circ}\text{C}$ , la de después del tratamiento en la máquina de emulsionar de  $+4^{\circ}\text{C}$ . El centrifugado en una centrífuga del tipo imperforado provista de tubos con rascadores, a la misma temperatura, produce porciones líquidas con un punto de solidificación a  $-1,5^{\circ}\text{C}$  y una dispersión acuosa de ácidos grasos sólidos que se segregan al calentar a  $80^{\circ}\text{C}$  de la dispersión como capa líquida (punto de solidificación  $32,0^{\circ}\text{C}$ ).

E J E M P L O 10

Para la demostración del efecto de la adición según el invento de coloides protectores, resulta apropiado el en sayo siguiente :

25. Acido graso se semilla de algodón, fundido (cifra de yodo = 95) es enfriado bajo movimiento continuo en una amasadora a  $+15^{\circ}\text{C}$ . La papilla de ácido graso obtenido al efecto es amasada con la misma cantidad de una solución de la misma temperatura que contiene 0,5% de un sulfato de alcohol graso sódico al 50%, técnico, de la longitud de cade-
- 30.



254639

na C<sub>12</sub> - C<sub>14</sub>, 5% de MgSO<sub>4</sub> y, eventualmente, alginato, durante 5 minutos, llenando la dispersión formada en envases, vasos de vidrio centrifugadores y centrifugando. Después de un centrifugado de 5 minutos de duración se forman dos capas;

5. la inferior consiste en la fase acuosa, con fracciones de ácidos grasos sólidos suspendidas en la misma, la superior en ácidos grasos líquidos. El volumen del ácido graso líquido segregado constituye una medida para el efecto de la adición del alginato. Este se puede conocer de la relación siguiente :
- 10.

---

Concentración de alginato en la solución acuosa de substancias de actividad superficial en % en peso	Porcentaje de ácido graso líquido segregado referido a la dispersión
--	--

---

0,0	1
0,25	8
0,5	12
1,0	15

---

E J E M P L O 11

- 100 g de un ácido graso de sebo (cifra de yodo = 55) que es desmenuzado a 22<sup>o</sup>C en un mecanismo de cuchillas de marcha rápida, a consistencia de papilla, son amasados a la misma temperatura con la misma cantidad de una solución de mojante acuosa que contiene 0,2% de la sal sódica de un semiéster sulfúrico de alcohol graso técnico al 50% de la longitud de cadena de C<sub>12</sub> - C<sub>14</sub>, 5% de MgSO<sub>4</sub> y 0,5% de alginato sódico, durante 10 minutos; la dispersión formada es llenada en vasos centrifugadores y centrifugada. Como capa su
- 15.
- 20.



254639

5. perior se segregan 64 g de ácidos grasos líquidos (cifra de yodo = 79), mientras que la capa acuosa inferior contiene 33 g de ácidos grasos sólidos que son separados mediante fusión (cifra de yodo = 8,2). Un ensayo paralelo que es llevado a cabo con solución de mojantes sin adición de alginatos, produce ácidos grasos sólidos con una cifra de yodo = 20.

E J E M P L O 12

10. 500 g de una mezcla a base de ácidos grasos animales (cifra de yodo = 61; cifra de saponificación = 204), son enfriados, simultáneamente con la doble cantidad de una solución de mojantes que contiene 0,2% de una sal sódica técnica al 50% de un semiéster sulfúrico de alcohol graso de la longitud de cadena C<sub>12</sub> - C<sub>15</sub>, y 5% de MgSO<sub>4</sub>, dentro

15. de tres horas bajo agitación de 40° a 20°C y la dispersión formada entonces es separada en una centrífuga del modo descrito en el ejemplo 10. Las fracciones sólidas que se segregan tienen una cifra de yodo = 25,8. En ensayos paralelos en los que a las soluciones de mojantes son adicionados

20. cada vez 1% de diferentes coloides protectores, las fracciones sólidas segregadas presentan las cifras de yodo siguientes :

	<u>Coloide protector</u>	<u>Cifra de yodo de las fracciones sólidas</u>
	sin adición	25,8
25.	alginato técnico	12,6
	tragacanto técnico	16,1
	polimetacrilato de amonio	20,2
	glicolato celulósico de sodio técnico	15,3

E J E M P L O 13

30. 1 kg de la mezcla de ácidos grasos descrita en el



1839

- ejemplo 11 es enfriado de  $40^{\circ}$  a  $20^{\circ}\text{C}$  formando una papilla aún fluyente de ácido graso y amasado con la misma cantidad de una solución de mojanteres que contiene 0,2% de una sal sódica técnica al 50%, de un semiéster sulfúrico de alcohol graso de la longitud de cadena de  $\text{C}_{12} - \text{C}_{14}$ , y 5% de  $\text{MgSO}_4$ , así como 1% de un glicolato celulósico de sodio. La separación de la dispersión se efectúa en una centrífuga de cristal. Las fracciones segregadas líquidas del ácido graso (cifra de yodo = 85) son separadas y la capa inferior es calentada de manera que las fracciones sólidas suspendidas en la misma (cifra de yodo = 18,3) se funden, pudiendo ser separadas. En la fase acuosa remanente, exenta de ácido graso seguidamente son disueltos 0,2% del sulfato de alcohol graso sódico antes mencionado, siendo utilizadas la solución de mojanteres, del modo descrito antes para una separación ulterior de ácido graso fresco. Las fracciones sólidas obtenidas después de la separación presentan una cifra de yodo = 19,6. Un ensayo paralelo con una solución fresca de mojanteres de la misma concentración, pero sin la adición de glicolato celulósico produce fracciones sólidas con una cifra de yodo = 24,2.

E J E M P L O 14

- La mezcla de ácidos grasos descrita en el ejemplo 11 es fundida y enfriada continuamente en un refrigerador con raspador a  $20^{\circ}\text{C}$  formando una masa a modo de papilla fluida. Son amasados 100 kg de la misma en 60 kg de una solución de mojanteres previamente preparada que contiene 1,0% de un sulfonato alquilbencen-sódico técnico al 30% con 10 a 16 átomos de carbono en la cadena alifática, 2% de  $\text{NaCl}$  y 2% de polimetacrilato de amonio. Seguidamente la dispersión for-



254639

- mada es ulteriormente diluida con 140 kg de una solución de NaCl al 2%, siendo amasada durante 10 minutos. La mezcla flúida que se ha originado puede ser separada continuamente en una centrífuga del tipo imperforado con raspadores, a cuyo efecto resultan de 150 kg de dispersión 28 kg de ácidos grasos líquidos (cifra de yodo = 84), por una parte, y una suspensión de los ácidos grasos sólidos en la fase acuosa, por la otra. Mediante calentamiento de la fase acuosa se segregan 20,5 kg de ácidos grasos sólidos como capa líquida superior, pudiendo ser extraídos. Cifra de yodo de los ácidos grasos sólidos : 14,9.
- 5.
- 10.

E J E M P L O 15

- Oleína técnica (cifra de yodo = 76; cifra de viscosidad = 70; punto de solidificación = +14,1°C) es enfriada en un refrigerante con rascadores, un tubo rodeado de una camisa de refrigeración e interiormente provisto de raspadores giratorios que pasan por sus paredes, de modo continuo a -6°C, y la papilla fluyente obtenida es agitada con la misma cantidad en peso de una solución de la misma temperatura que consiste en 67% en peso de agua, 29% en peso de etilenglicol, 3% en peso de cloruro sódico y 1% en peso de una pasta de sulfato de alcohol graso sódico (longitud de cadena de C<sub>9</sub> - C<sub>11</sub>), durante unos cuantos minutos. De la mezcla obtenida resulta, separada a -6°C de modo continuo en una centrífuga del tipo imperforado con raspadores, un ácido graso líquido (después del lavado con agua: cifra de yodo = 87; cifra de viscosidad = 78; punto de solidificación = -10°C), así como una suspensión de los ácidos grasos sólidos a esta temperatura en la fase de agua/glicol. Por calentamiento de la suspensión son fundidos y separados los ácidos grasos sólidos que después de ser lavados una so
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



254639

- la vez con agua caliente presentan una cifra de yodo = 66; una cifra de viscosidad = 65 y un punto de solidificación = 21,7°C. La proporción cuantitativa de los ácidos grasos líquidos obtenidos a los sólidos es de 45 : 55. 50 kg de los
5. ácidos grasos sólidos separados son fundidos, enfriados en una amasadora dentro de varias horas a +10°C, y la mezcla de ácidos grasos a modo de papilla, apta para fluir, es amasada con la misma cantidad de una solución acuosa que contiene 3% de sulfato de magnesio y 1% de un sulfato de alcohol
10. graso sódico técnico al 50% (longitud de cadena C<sub>12</sub> - C<sub>14</sub>), durante 15 minutos a +10°C. El centrifugado de la mezcla preparada de este modo en una centrífuga del tipo impermeforado con rascadores produce una nueva fracción de porciones líquidas (cifra de yodo = 77; cifra de viscosidad = 76, punto de solidificación = +5,9°C) y una dispersión acuosa
15. de ácidos grasos sólidos que son elaborados del modo antes descrito. Indices de los ácidos grasos sólidos : cifra de yodo = 36; cifra de viscosidad = 36; punto de solidificación = 38,7°C. La proporción cuantitativa de los ácidos
20. grasos líquidos obtenidos a los sólidos en la segunda separación es de 71 : 29.

Se llega a los mismos resultados, substituyendo los 29% en peso de etilenglicol por 35% en peso de glicerina, disminuyendo el contenido en agua de modo respectivo.

25. EJEMPLO 16

- Acido graso de soja (cifra de yodo = 109; punto de solidificación = 25,7°C) es continuamente enfriado a -5°C en el refrigerante con rascadores descrito en el ejemplo anterior, y el ácido graso obtenido a modo de papilla es amasado durante unos cuantos minutos con la media cantidad en
- 30.



254639

- peso de una solución acuosa ajustada a la temperatura del mismo que contiene 30% de metanol que contiene 5% de sulfato de magnesio y 4% de un sulfato de alcohol graso sódico técnico al 27% (longitud de cadena  $C_{10}$ ). La mezcla viscosa obtenida seguidamente es diluida con la media cantidad en peso, referida al ácido graso utilizado, de una solución acuosa idénticamente atemperada que contiene 30% de metanol y 5% de sulfato de magnesio, siendo otra vez agitada durante unos cuantos minutos. Se origina una dispersión fluida que puede ser separada a  $-5^{\circ}\text{C}$  en centrifuga del tipo imperforado con raspadores. Como primer producto de separación se obtiene un ácido graso líquido que después del lavado con agua presenta una cifra de yodo = 135 y un punto de solidificación debajo de  $-12^{\circ}\text{C}$ ; y como segundo producto de separación una suspensión consistente en ácidos grasos sólidos en la fase de metanol/agua. Los ácidos grasos obtenidos de la suspensión mediante calentamiento y lavado presentan una cifra de yodo = 40 y un punto de solidificación de  $45^{\circ}\text{C}$ . La proporción cuantitativa de ácidos grasos líquidos a sólidos es de 70 : 30.
5. obtenida seguidamente es diluida con la media cantidad en peso, referida al ácido graso utilizado, de una solución acuosa idénticamente atemperada que contiene 30% de metanol y 5% de sulfato de magnesio, siendo otra vez agitada durante unos cuantos minutos. Se origina una dispersión fluida que puede ser separada a  $-5^{\circ}\text{C}$  en centrifuga del tipo imperforado con raspadores. Como primer producto de separación se obtiene un ácido graso líquido que después del lavado con agua presenta una cifra de yodo = 135 y un punto de solidificación debajo de  $-12^{\circ}\text{C}$ ; y como segundo producto de separación una suspensión consistente en ácidos grasos sólidos en la fase de metanol/agua. Los ácidos grasos obtenidos de la suspensión mediante calentamiento y lavado presentan una cifra de yodo = 40 y un punto de solidificación de  $45^{\circ}\text{C}$ . La proporción cuantitativa de ácidos grasos líquidos a sólidos es de 70 : 30.
10. obtenida seguidamente es diluida con la media cantidad en peso, referida al ácido graso utilizado, de una solución acuosa idénticamente atemperada que contiene 30% de metanol y 5% de sulfato de magnesio, siendo otra vez agitada durante unos cuantos minutos. Se origina una dispersión fluida que puede ser separada a  $-5^{\circ}\text{C}$  en centrifuga del tipo imperforado con raspadores. Como primer producto de separación se obtiene un ácido graso líquido que después del lavado con agua presenta una cifra de yodo = 135 y un punto de solidificación debajo de  $-12^{\circ}\text{C}$ ; y como segundo producto de separación una suspensión consistente en ácidos grasos sólidos en la fase de metanol/agua. Los ácidos grasos obtenidos de la suspensión mediante calentamiento y lavado presentan una cifra de yodo = 40 y un punto de solidificación de  $45^{\circ}\text{C}$ . La proporción cuantitativa de ácidos grasos líquidos a sólidos es de 70 : 30.
15. obtenida seguidamente es diluida con la media cantidad en peso, referida al ácido graso utilizado, de una solución acuosa idénticamente atemperada que contiene 30% de metanol y 5% de sulfato de magnesio, siendo otra vez agitada durante unos cuantos minutos. Se origina una dispersión fluida que puede ser separada a  $-5^{\circ}\text{C}$  en centrifuga del tipo imperforado con raspadores. Como primer producto de separación se obtiene un ácido graso líquido que después del lavado con agua presenta una cifra de yodo = 135 y un punto de solidificación debajo de  $-12^{\circ}\text{C}$ ; y como segundo producto de separación una suspensión consistente en ácidos grasos sólidos en la fase de metanol/agua. Los ácidos grasos obtenidos de la suspensión mediante calentamiento y lavado presentan una cifra de yodo = 40 y un punto de solidificación de  $45^{\circ}\text{C}$ . La proporción cuantitativa de ácidos grasos líquidos a sólidos es de 70 : 30.
20. obtenida seguidamente es diluida con la media cantidad en peso, referida al ácido graso utilizado, de una solución acuosa idénticamente atemperada que contiene 30% de metanol y 5% de sulfato de magnesio, siendo otra vez agitada durante unos cuantos minutos. Se origina una dispersión fluida que puede ser separada a  $-5^{\circ}\text{C}$  en centrifuga del tipo imperforado con raspadores. Como primer producto de separación se obtiene un ácido graso líquido que después del lavado con agua presenta una cifra de yodo = 135 y un punto de solidificación debajo de  $-12^{\circ}\text{C}$ ; y como segundo producto de separación una suspensión consistente en ácidos grasos sólidos en la fase de metanol/agua. Los ácidos grasos obtenidos de la suspensión mediante calentamiento y lavado presentan una cifra de yodo = 40 y un punto de solidificación de  $45^{\circ}\text{C}$ . La proporción cuantitativa de ácidos grasos líquidos a sólidos es de 70 : 30.

E J E M P L O 17

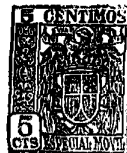
- 1 kg de ácido graso de aceite de linaza (cifra de yodo = 160; punto de solidificación  $+13,5^{\circ}\text{C}$ ) es enfriado en un recipiente agitador con camisa doble, bajo enérgica agitación, a  $-5^{\circ}$ . La diferencia de temperatura entre el ácido graso y el medio de enfriamiento al efecto no excede de  $5^{\circ}\text{C}$ . El ácido graso de aceite linaza enfriado a  $-5^{\circ}\text{C}$  presenta consistencia pastosa, siendo agitada durante unos cuantos minutos a la misma temperatura con 0,5 kg de una solución acuosa que contiene 18% de glicerina, 6% de sulfato de mag-
25. 1 kg de ácido graso de aceite de linaza (cifra de yodo = 160; punto de solidificación  $+13,5^{\circ}\text{C}$ ) es enfriado en un recipiente agitador con camisa doble, bajo enérgica agitación, a  $-5^{\circ}$ . La diferencia de temperatura entre el ácido graso y el medio de enfriamiento al efecto no excede de  $5^{\circ}\text{C}$ . El ácido graso de aceite linaza enfriado a  $-5^{\circ}\text{C}$  presenta consistencia pastosa, siendo agitada durante unos cuantos minutos a la misma temperatura con 0,5 kg de una solución acuosa que contiene 18% de glicerina, 6% de sulfato de mag-
30. 1 kg de ácido graso de aceite de linaza (cifra de yodo = 160; punto de solidificación  $+13,5^{\circ}\text{C}$ ) es enfriado en un recipiente agitador con camisa doble, bajo enérgica agitación, a  $-5^{\circ}$ . La diferencia de temperatura entre el ácido graso y el medio de enfriamiento al efecto no excede de  $5^{\circ}\text{C}$ . El ácido graso de aceite linaza enfriado a  $-5^{\circ}\text{C}$  presenta consistencia pastosa, siendo agitada durante unos cuantos minutos a la misma temperatura con 0,5 kg de una solución acuosa que contiene 18% de glicerina, 6% de sulfato de mag-



254639

- nesio y 3% de un sulfato de alcohol graso de Na técnico al 27% (longitud de cadena C<sub>10</sub>). Se origina una dispersión viscosa que es a continuación agitada otra vez a -5°C durante unos cuantos minutos con 0,5 kg de una solución acuosa que contiene 18% de glicerina y 6% de sulfato de magnesio.
5. Separada a la misma temperatura en una centrífuga de vasos de vidrio, en la dispersión entonces vuelta líquida, resulta una capa superior de ácidos grasos líquidos (después del lavado con agua, cifra de yodo = 176; punto de solidificación por debajo de -12°C), y una capa inferior de glicerina y agua en la que están presentes suspendidos los ácidos grasos sólidos. Después de terminar la elaboración mediante calentamiento y lavado, las porciones sólidas presentan una cifra de yodo = 79 y un punto de solidificación de 43,0°C.
10. EJEMPLO 18
15. Como material de partida sirve una fracción de un ácido graso de aceite de pescado que es obtenida según el procedimiento siguiente :
20. Un ácido graso de aceite de pescado (cifra de acidez = 196; cifra de saponificación = 198; cifra de yodo = 116; punto de solidificación = 27,9°C) es calentado a 30°C y enfriado bajo agitación a +6°C, juntamente con la doble cantidad de una solución acuosa que contiene 5% de un éter poliglicólico de actividad capilar y 10% de MgSO<sub>4</sub>. La dispersión que se ha originado de este modo, da después de su
25. separación en una centrífuga del tipo imperforado, un ácido graso líquido (cifra de acidez = 191; cifra de saponificación = 195; cifra de yodo = 143; punto de solidificación = -0,9°C) y una suspensión de ácido graso sólido en la solución acuosa.
- 30.

254639



- 2 kg del ácido graso líquido así obtenido son mezclados con la misma cantidad de una solución de etilenglicol acuosa al 35% que contiene disueltos 3% de cloruro sódico y 1% de un sulfato de alquilo sódico técnico al 50% (longitud de cadena  $C_{12} - C_{14}$ ) y enfriados bajo agitación dentro de cuatro horas de  $+5^{\circ}\text{C}$  a  $-15^{\circ}\text{C}$ . La dispersión apta para fluir formada da, después del centrifugado en una centrífuga de vasos de vidrio, una capa superior que consiste en ácidos grasos líquidos (después del lavado con agua : cifra de yodo = 150; punto de solidificación inferior a  $-20^{\circ}\text{C}$ ) y una capa inferior que representa la fase acuosa y en la que están presentes suspendidos los ácidos grasos, sólidos a esta temperatura. Mediante calentamiento y lavado pueden ser obtenidos estos ácidos grasos. Presentan un cifra de yodo = 134 y un punto de solidificación de  $+10,5^{\circ}$ . Fracción de los ácidos grasos líquidos en los utilizados : aproximadamente 60%.

#### E J E M P L O 19

- Acido graso de soja fundido (cifra de yodo = 109; cifra de acidez = 204; cifra de saponificación = 208; título =  $25,7^{\circ}\text{C}$ ) es bombeado continuamente, con una temperatura de  $+40^{\circ}\text{C}$ , con una velocidad de paso de 30 kg/hora a través de un refrigerador de raspadores, un tubo refrigerado exteriormente de 1200 mm de longitud y 104 mm de diámetro. Un sistema de raspadores (número de revoluciones 200 por minuto) aparta el depósito de pared que se presenta durante el enfriamiento en la superficie de enfriamiento. El ácido graso abandona el refrigerante de raspadores con una temperatura de  $+5^{\circ}\text{C}$  y es agitado con una cantidad de solución acuosa igual a su mitad en peso y a la misma temperatura



254639

- que contiene 1% de un sulfato de alcohol graso de  $C_8 - C_{10}$  y 5% de  $MgSO_4$ . La dispersión formada circula continuamente en un segundo recipiente agitador en el que se introduce cada vez por 1 parte de ácido graso, 0,5 parte de solución de sulfato de magnesio al 5%. La temperatura es mantenida constante y la dispersión que sale es introducida con  $+5^{\circ}C$  en un separador de platos. En esta centrífuga de platos es separada la dispersión en los ácidos grasos líquidos, por una parte, y en una dispersión acuosa de los ácidos grasos sólidos, por la otra. Los ácidos grasos líquidos que salen de la centrífuga presentan una cifra de yodo = 129. Los ácidos grasos sólidos son separados de la fase acuosa mediante fusión, presentando una cifra de yodo = 27.
- 5.
- 10.

E J E M P L O    20

15. De la misma manera descrita en el ejemplo 19 son enfriados de  $+45^{\circ}C$  a  $+8^{\circ}C$  por hora 60 kg de ácido graso de sebo con ayuda del refrigerador con raspadores antes descrito. Una parte en peso de ácido graso, después de salida del refrigerador con raspadores, es agitada con 0,5 parte de una
20. solución acuosa a la misma temperatura que contiene 0,5% de sulfato decílico de sodio y 2% de sulfato de magnesio. 1,5 partes en peso de la dispersión que va saliendo son diluidas con 0,5 parte en peso de una solución de sulfato de magnesio acuosa al 2%. La dispersión formada es separada, con ayuda
25. de un centrífuga del tipo imperforado, en ácidos grasos líquidos y en una dispersión acuosa de los ácidos grasos sólidos. Los ácidos grasos líquidos presentan una cifra de yodo de 88, los ácidos grasos sólidos, después de su fusión y separación del agua, la cifra de yodo de 14,5.



254639

EJEMPLO 21

- Acido graso de destilado de semilla de algodón hidrogenado o endurecido (cifra de acidez = 202; cifra de saponificación = 205; cifra de yodo = 95; punto de solidificación +30,8°C) es bombeado en estado líquido a través de un sistema tubular enfriado. En los tubos refrigerantes se encuentran raspadores giratorios que evitan que se deposite el ácido graso en las paredes de enfriamiento, mezclando simultáneamente el ácido graso (refrigerador rascador). El ácido graso sale del refrigerador a +15°C como masa blanda flúida. De ella se amasa 10 kg con 5 kg de una solución acuosa atemperada idénticamente que contiene 2% de un sulfato de alcohol graso sódico técnico al 50% de la longitud de cadena C<sub>12</sub> - C<sub>18</sub> con porciones en parte insaturadas y 5% de sulfato de magnesio, durante diez minutos (Dispersión 1). 12 kg de esta dispersión entonces son amasados con 4 kg de solución de sulfato de magnesio al 5% de +15°C durante 10 minutos (Dispersión 2) y 10 kg de la dispersión formada 2 son amasados entonces otra vez con ulteriores 5 kg de solución de MgSO<sub>4</sub> al 5% durante 10 minutos (Dispersión 3). En un ensayo paralelo, finalmente, son amasados 10 kg de ácido graso procedente del refrigerador de rascadores de +15°C con 20 kg de una solución de +15°C que contiene 0,5% del mencionado sulfato de alcohol graso técnico y 5% de sulfato de magnesio (Dispersión 4).

- Pruebas de las dispersiones 1 - 4 son llenadas en vasos y separadas mediante centrifugado en capas. La capa superior consiste en porciones de ácidos grasos líquidos, la capa inferior de solución acuosa en la que se encuentran los cristales de las porciones de ácidos grasos sólidos,



254639

principalmente en la parte superior. Ambas capas son separadas una de otra y las porciones sólidas de ácidos grasos son obtenidas mediante fusión. Como medida para el grado de separación está indicada en la tabla, aparte del punto de solidificación, la cifra de yodo de los productos que responde a las modificaciones de las condiciones operativas más sensiblemente que el punto de solidificación.

	Proporción ácido graso a solución de mojan-tes	% de sulfato de alcohol graso (substancia activa) referido a		Porciones separadas			
		solu- ción de mojan-tes	ácido graso	líquidas		sólidas	
				ci- fra de yodo	pun- to de soli- difi- ca- ción	ci- fra de yodo	pun- to de soli- difi- ca- ción
Dispersión 1	1 : 1/2	1	1/2	119	-1°	36	48,3°
Dispersión 2 obtenida a base de la dispersión 1	1 : 1	1/2	1/2	119		25	51,7°
Dispersión 3 obtenida a base de la dispersión 2	1 : 2	1/4	1/2	118		22	52,4°
Dispersión 4	1 : 2	1/4	1/2	119		35	48,2°

E J E M P L O 22

10. En el refrigerador con rascadores descrito en el ejemplo anterior es enfriado continuamente ácido graso de sebo (cifra de yodo = 53; punto de solidificación +39,5°C) de +45 a +11°C formando masa pastosa apta para fluir (paso 70 kg por hora) y conducido en un recipiente agitador (contenido útil 80 l). En el recipiente agitador afluye simultáneamente una



254688

- solución acuosa que contiene 2% de un sulfato de alcohol graso sódico técnico al 30% de la longitud de cadena  $C_{10}$ , así como 4% de sulfato de magnesio (Alimentación 35 kg por hora). Por un rebosadero llega la dispersión formada en un segundo
5. recipiente de agitación de idénticas dimensiones, al cual afluyen aún 35 kg de agua por hora. Mediante refrigeración exterior de los recipientes de agitación queda enfriada la dispersión respectiva a  $+7^{\circ}\text{C}$ . Entonces, esta dispersión es separada, en una centrífuga del tipo imperforado con rascadores que funciona de modo continuo, en oleína (cifra de yodo = 89, punto de enturbiamiento  $+5^{\circ}\text{C}$ ), por una parte, y una suspensión de los cristales de estearina en la solución acuosa, por la otra. Una prueba de ello da, después de su fusión, una estearina con cifra de yodo = 17 y punto de solidificación  $51,2^{\circ}\text{C}$ . La suspensión segregada es calentada en un intercambiador de calor a  $+55^{\circ}\text{C}$ , enfriada escalonadamente en tres recipientes agitadores conectados en serie a  $+46^{\circ}\text{C}$  y seguidamente separada en una segunda centrífuga con rascadores. Al efecto se obtiene un ácido graso (cifra de yodo = 35);
10. punto de solidificación  $44,5^{\circ}\text{C}$ ) utilizable como retorno, y una suspensión de cristales de estearina en solución acuosa, cuya estearina da, después de su fusión, una cifra de yodo = 6,2 y un punto de solidificación =  $53,3^{\circ}\text{C}$ .
15. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo en la descripción, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a cabo con los medios y materiales más adecuados por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.
20. .
25. .
30. .



254839

N O T A

Descrito el invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridades de las patentes alemanas núms, H 8880 IVa/23d, del 23.6.51, H 14937 IVa/23d, del 5.1.53, H 17275 IVd/12, del 1.8.53, H 17276, IVd/12, del 1.8.53 y H 17277 IVd/12, del 1.8.53 (acogiéndose al vigente Convenio Hispano-Alemán), declarándose nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, existiendo en todas ellas unidad de invención :

1. Procedimiento para la separación de mezclas de ácidos grasos en componentes de diferentes puntos de fusión caracterizado porque consiste en separar dispersiones de la mezcla de ácidos grasos a separar a temperaturas, a las cuales una parte de la mezcla está presente en forma líquida, otra parte de la mezcla en sólida, en centrífugas del tipo de pared imperforada, en una fase más ligera consistente en los ácidos grasos líquidos, y en una fase más pesada que contiene suspendidos los ácidos grasos sólidos en la solución acuosa de sustancias de actividad capilar, en evacuar estas fases de la centrífuga y en separar las de solución acuosa de sustancias conactividad capilar, todavía presentes en la misma.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en que en la elaboración de dispersiones que han sido preparadas a base de mezclas de ácidos grasos completamente fundidas se deja solidificar incompletamente estas mezclas después de la

254689



adición a las mismas de compuestos orgánicos líquidos.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, en que como compuesto orgánico líquido a adicionar se emplean ácidos grasos líquidos.

5. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, en que los ácidos grasos fundidos a separar y la solución acuosa de sustancias con actividad capilar son enfriadas en común para la elaboración de las dispersiones.

10. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, en que la elaboración de dispersiones a base de mezclas de ácidos grasos, sólidos y líquidos es obtenida por enfriamiento de las mezclas de ácidos grasos fundidas en el refrigerador con rascadores.

15. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, en que la elaboración de dispersiones ha sido obtenida por dispersión de la mezcla de ácidos grasos con solución de mojan-  
jantes más concentrada y dilución de la dispersión con solución de mojan-  
jantes más diluída, o bien solución exenta de mo-  
jantes.

20. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, en que se emplean soluciones acuosas de sustancias con actividad capilar a las que han sido adicionadas sales.

25. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, en que se emplean soluciones acuosas de sustancias con actividad capilar, cuyo punto de solidificación está situado a temperatura por debajo de 0°C, particularmente por debajo de -2°C.

30. 9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en que se emplean soluciones acuosas de sustancias de actividad capilar separada de los componentes de ácidos grasos



254639

sólidos, para la preparación de nuevas dispersiones.

10. Procedimiento para la separación de mezclas de ácidos grasos en componentes de diferentes punto de fusión.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria, que consta de treinta y siete hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola cara, acompañadas de una lámina de dibujos.

Madrid, a 30 de Diciembre de 1.959.

HENKEL & CIE. GmbH

p. a.

JAIME IBERN MIRALLES

P.F.



Fig. 1

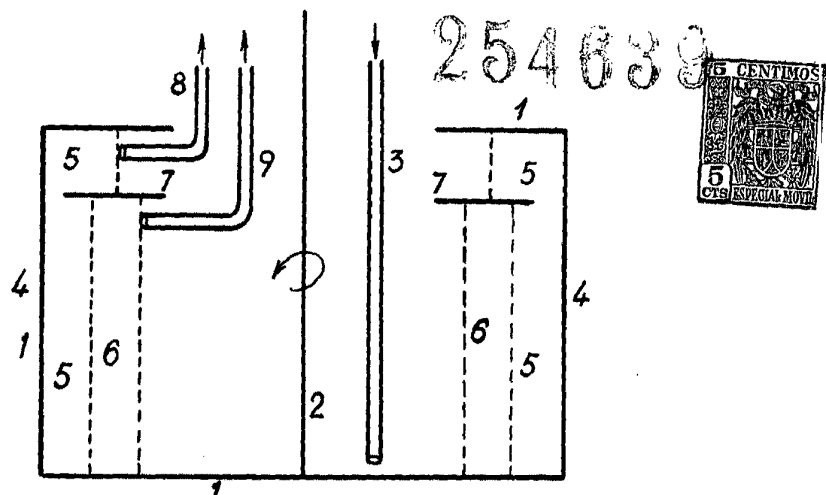


Fig. 2

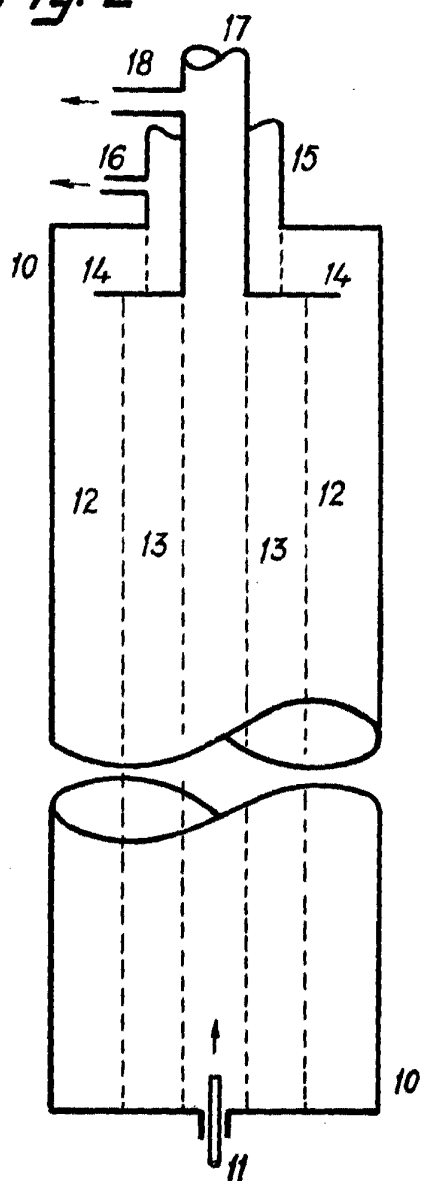
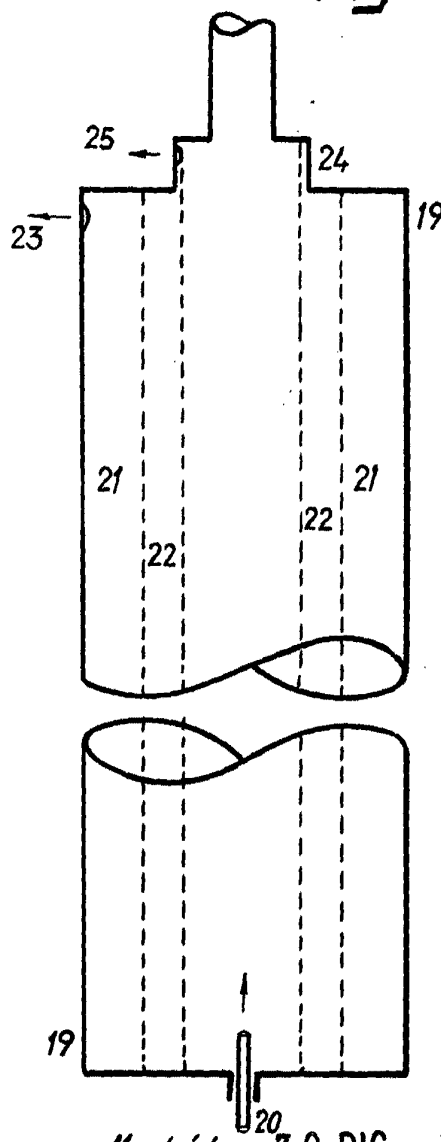


Fig. 3



Madrid, 30 DIC. 1959  
p.p. Jaime Isern