



1964

300180

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

por DIEZ años

cuyo privilegio se solicita para todo el territorio nacional, a favor del Patronato de Investigación Científica y Técnica "Juan de la Cierva", del Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Serrano, 150, - Madrid, por un "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR", según la siguiente

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la catálisis de los procesos de redistribución molecular, y más concretamente a la catálisis de las reacciones de interesterificación aplicadas a los glicéridos.

5

Es bien conocido el uso de los metales alcalinos, tales como el sodio y el potasio, en la catálisis de las reacciones de redistribución molecular de los glicéridos, pero a nuestro juicio, la forma de operar con ellos hasta el momento, condicionada al menos en parte por las propiedades físicas de aquellos metales alcalinos, no ha permitido alcanzar la máxima efectividad de la actividad catalítica. Los procesos en uso hasta el momento han implicado, o bien una dispersión del sodio o el potasio en el glicérido a temperaturas sustancialmente elevadas, o bien la adición al glicérido de dispersiones previamente preparadas de los metales alcalinos sólidos en un disolvente no acuoso inerte, tal como xileno, tolueno o fracciones de keroseno.

10

15

20

En el primer caso, las temperaturas requeridas para fundir el sodio y el potasio corresponden a un intervalo de temperaturas en el que tienen lugar reacciones secundarias indeseables con el glicérido, lo que -



300180

25 origina una considerable reducci3n de la actividad ca-
taltica del metal alcalino, y un oscurecimiento e in-
cluso carbonizaci3n del glic3rido que es tratado. El
potasio y el sodio funden .. alrededor de 145°F y --
208°F, respectivamente, y, de acuerdo con nuestra ex-
30 periencia, el tratamiento del glic3rido con metales -
alcalinos tan reactivos a temperaturas sustancialmen-
te mayores que 120°F, incluso durante periodos de tiem-
po cortos, provoca una reducci3n apreciable de la acti-
vidad catalitica y un empeoramiento de la calidad del
glic3rido resultante del tratamiento.

35 Si, por ejemplo, la reacci3n de redistribuci3n mo-
lecular se conduce a la temperatura de dispersi3n o a
una temperatura m3s baja (pero superior al punto de -
fusi3n del sodio o del potasio) las reacciones secun-
darias antes mencionadas tienen lugar en un grado in-
deseable. Incluso la exposici3n del glic3rido al so-
40 dio o al potasio a tales temperaturas durante cortos
periodos de tiempo, como son los normalmente requeri-
dos para la dispersi3n y activaci3n del catalizador,
tiene un efecto nocivo sobre la actividad catalitica
45 en las operaciones subsiguientes a temperaturas por -
debajo de 120°F. Asf, nosotros hemos encontrado que
la dispersi3n del sodio en manteca de cerdo a 250°F,
en una concentraci3n convencional de alrededor del --
0,2%, ha conducido a una completa inactivaci3n del so-
50 dio para la cat3lisis de la subsiguiente redistribu-
ci3n dirigida de la manteca de cerdo a temperaturas -
comprendidas entre 80-90°F. Tal inactivaci3n no se --
observa si se opera de acuerdo con el presente inven-
to, mientras que presumiblemente a las temperaturas -
55 m3s elevadas usadas hasta ahora en este tipo de proce-
sos el sodio o el catalizador activo formado a partir

330180



de él son consumidos o envenenados en las reacciones secundarias.

60 En el segundo caso, es evidente que el uso de dispersiones de metales alcalinos sólidos en disolventes adecuados implica la adición del disolvente como sustancia extraña, que, en el caso de productos comestibles, debe ser eliminada en una etapa posterior del proceso a fin de permitir el uso deseado.

65 Por supuesto que la etapa de desodorización puede ser realizada de manera que permita simultáneamente la eliminación del disolvente, pero la recuperación económica del disolvente en una forma que permita ser reciclado es difícil, y por ello el empleo del disolvente como vehículo de dispersión generalmente representa una pérdida neta.

70

Además, en las instalaciones comerciales, el manejo de disolventes combustibles presenta riesgo de fuego y explosión poco deseables.

75 Por otra parte, cuando las temperaturas a las que transcurre la redistribución molecular están por debajo del punto de fusión del sodio o del potasio, el metal alcalino está presente como fase sólida, la cual, aunque de naturaleza maleable y finamente dispersa en el glicérido, muestra no solamente alguna resistencia a la activación preliminar sino también una susceptibilidad al envenenamiento.

80

El presente invento tiene por objeto suministrar un catalizador mejorado del tipo metal alcalino para las reacciones de redistribución molecular.

85

Otro objetivo es suministrar un catalizador a base de metales alcalinos, con notable capacidad para activarse y catalizar la subsiguiente reacción de redistribución molecular.

90 También es objeto de esta patente suministrar un catalizador para las reacciones de redistribución de



300180

95

los glicéridos que presenta una mayor actividad en el intervalo de temperaturas ambiente y que puede ser fácilmente dispersado en el glicérido a estas temperaturas sin necesidad de un fluido dispersante.

100

La experiencia ha demostrado que se han logrado los objetivos arriba indicados y que las desventajas de las técnicas anteriormente descritas quedan eliminadas por el uso, a temperaturas no sustancialmente mayores que 120°F, de una aleación metálica de sodio y potasio que es líquida a aquellas temperaturas.

105

Mientras el sodio y el potasio aisladamente tienen puntos de fusión por encima de 120°F, ciertas aleaciones de ambos metales tienen puntos de fusión mucho más bajos que los correspondientes a cada constituyente. En consecuencia el presente invento se refiere al proceso de conducir las reacciones de redistribución de los glicéridos con la ayuda de aleaciones líquidas de sodio-potasio que tienen puntos de fusión no sustancialmente mayores que 120°F. Las aleaciones que satisfacen esta especificación son aquellas que tiene aproximadamente desde un 75% a un 3% de sodio y desde un 25% a un 97% de potasio expresando los porcentajes en peso. La aleación de más bajo punto de fusión dentro de este rango de composiciones, con un punto de fusión de alrededor de 10°F contiene aproximadamente un 77% de potasio y un 23% de sodio.

110

115

120

125

Las composiciones que contienen aproximadamente de un 50% a un 15% de sodio y desde un 50% a un 85% de potasio son particularmente adecuadas para las reacciones de redistribución dirigida a baja temperatura debido a que sus puntos de fusión están por debajo de 50°F. Para el uso general se prefiere la aleación 50-50 que satisface las exigencias de economía y fluidez.



300180

130

En el mercado se dispone de aleaciones sodio-potasio, dentro del rango de composiciones antes indicado, procedentes de un método de fabricación comercial que consta de una primera fase en la que se obtiene una mezcla de vapores de sodio y de potasio haciendo pasar vapores de sodio a través de cloruro potásico fundido y de una segunda fase en la que la mezcla de vapores se somete a un fraccionamiento apropiado.

135

Las mismas precauciones que se adoptan en el uso del sodio y del potasio aislados se han de observar cuando se usa la aleación de sodio-potasio de acuerdo con el presente invento. Así, por ejemplo, como es sabido, los ácidos grasos libres, los peróxidos y la humedad presentes en los glicéridos tienden a consumir

140

el material catalítico y por ello debe emplearse una cantidad suficiente de metal alcalino que asegure un exceso sobre la que pueda ser inactivada por la presencia de tales sustancias. En general se ha encontrado que un exceso de 0,02%, calculado como porcentaje de sodio, da una velocidad de reacción razonable, y aunque por supuesto, pueden usarse proporciones mayores, por razones económicas, tales proporciones nunca exceden normalmente el 1%. Si la proporción de ácido o de humedad en el glicérido es tal que requiere porcentajes tan elevados, entonces es generalmente más económico someter el glicérido a un proceso previo de purificación tal como una refinación alcalina y/o unas etapas de deshidratación. Se ha encontrado que en el tratamiento de grasas glicéridicas tales como la manteca de cerdo exenta de agua, con un contenido en ácidos grasos libres por ejemplo del 0,25 al 0,50% es generalmente adecuada una proporción de 0,2 a 0,5% de aleación 50-50 (calculada como sodio) referida al peso de glicérido.

145

el material catalítico y por ello debe emplearse una cantidad suficiente de metal alcalino que asegure un exceso sobre la que pueda ser inactivada por la presencia de tales sustancias. En general se ha encontrado que un exceso de 0,02%, calculado como porcentaje de sodio, da una velocidad de reacción razonable, y aunque por supuesto, pueden usarse proporciones mayores, por razones económicas, tales proporciones nunca exceden normalmente el 1%. Si la proporción de ácido o de humedad en el glicérido es tal que requiere porcentajes tan elevados, entonces es generalmente más económico someter el glicérido a un proceso previo de purificación tal como una refinación alcalina y/o unas etapas de deshidratación. Se ha encontrado que en el tratamiento de grasas glicéridicas tales como la manteca de cerdo exenta de agua, con un contenido en ácidos grasos libres por ejemplo del 0,25 al 0,50% es generalmente adecuada una proporción de 0,2 a 0,5% de aleación 50-50 (calculada como sodio) referida al peso de glicérido.

150

el material catalítico y por ello debe emplearse una cantidad suficiente de metal alcalino que asegure un exceso sobre la que pueda ser inactivada por la presencia de tales sustancias. En general se ha encontrado que un exceso de 0,02%, calculado como porcentaje de sodio, da una velocidad de reacción razonable, y aunque por supuesto, pueden usarse proporciones mayores, por razones económicas, tales proporciones nunca exceden normalmente el 1%. Si la proporción de ácido o de humedad en el glicérido es tal que requiere porcentajes tan elevados, entonces es generalmente más económico someter el glicérido a un proceso previo de purificación tal como una refinación alcalina y/o unas etapas de deshidratación. Se ha encontrado que en el tratamiento de grasas glicéridicas tales como la manteca de cerdo exenta de agua, con un contenido en ácidos grasos libres por ejemplo del 0,25 al 0,50% es generalmente adecuada una proporción de 0,2 a 0,5% de aleación 50-50 (calculada como sodio) referida al peso de glicérido.

155

el material catalítico y por ello debe emplearse una cantidad suficiente de metal alcalino que asegure un exceso sobre la que pueda ser inactivada por la presencia de tales sustancias. En general se ha encontrado que un exceso de 0,02%, calculado como porcentaje de sodio, da una velocidad de reacción razonable, y aunque por supuesto, pueden usarse proporciones mayores, por razones económicas, tales proporciones nunca exceden normalmente el 1%. Si la proporción de ácido o de humedad en el glicérido es tal que requiere porcentajes tan elevados, entonces es generalmente más económico someter el glicérido a un proceso previo de purificación tal como una refinación alcalina y/o unas etapas de deshidratación. Se ha encontrado que en el tratamiento de grasas glicéridicas tales como la manteca de cerdo exenta de agua, con un contenido en ácidos grasos libres por ejemplo del 0,25 al 0,50% es generalmente adecuada una proporción de 0,2 a 0,5% de aleación 50-50 (calculada como sodio) referida al peso de glicérido.

160

el material catalítico y por ello debe emplearse una cantidad suficiente de metal alcalino que asegure un exceso sobre la que pueda ser inactivada por la presencia de tales sustancias. En general se ha encontrado que un exceso de 0,02%, calculado como porcentaje de sodio, da una velocidad de reacción razonable, y aunque por supuesto, pueden usarse proporciones mayores, por razones económicas, tales proporciones nunca exceden normalmente el 1%. Si la proporción de ácido o de humedad en el glicérido es tal que requiere porcentajes tan elevados, entonces es generalmente más económico someter el glicérido a un proceso previo de purificación tal como una refinación alcalina y/o unas etapas de deshidratación. Se ha encontrado que en el tratamiento de grasas glicéridicas tales como la manteca de cerdo exenta de agua, con un contenido en ácidos grasos libres por ejemplo del 0,25 al 0,50% es generalmente adecuada una proporción de 0,2 a 0,5% de aleación 50-50 (calculada como sodio) referida al peso de glicérido.



100180

165

170

175

180

185

190

195

La aleación líquida de sodio-potasio puede dispersarse directamente en el glicérido por medio de un equipo convencional de dispersión mecánicamente agitado diseñado para la preparación de dispersiones de líquidos. Un ejemplo de esta clase de equipo es el dispersador Premier fabricado por Premier Mill Corporation of Ginebra, New York. Este es un sistema mezclador cerrado que tiene un rotor de jaula de forma de barril relativamente pequeño montado sobre un eje vertical accionado a gran velocidad (desde unas 15.000 r.p.m. en los modelos pequeños a unas 3,600 r.p.m. en las grandes unidades), el dispositivo succiona, a través de su extremo inferior abierto, el líquido más pesado que es lanzado por fuerza centrífuga y pulverizado, a través de sendas ranuras verticales existentes en sus paredes, en el seno del líquido más ligero que le rodea. Otros sistemas de dispersión de diseño bien conocido y que se basan preferentemente en una acción cortante inducida por fuerza centrífuga pueden servir para este objeto. No es necesario el empleo de equipos especiales caros, tales como homogeneizadores o molinos coloidales, aunque éstos son adecuados para este fin. Sin embargo debe ser destacado que la eficiencia catalítica de la aleación depende en parte del tamaño de gota de la dispersión, habiéndose observado eficiencias más elevadas para tamaños de gota más pequeños. Por ello, es preferible que la intensidad de agitación durante la dispersión sea tal que proporcione un diámetro medio de gota no sustancialmente mayor que 50 micras.

Según observaciones, la aleación de sodio-potasio no posee actividad catalítica en el momento de su introducción en el glicérido, sino que requiere un breve periodo de activación, después del cual se manifiesta la actividad catalítica. Este hecho puede ser debido a una reacción de la aleación con el glicérido o ma



200180

200

terial graso en la que se produce el verdadero cataliza-
dor, Pero no se desea entrar en consideraciones teóri-
cas de esta clase.

205

El uso de estas aleaciones ha conducido no sola-
mente a períodos de activación más cortos sino que tam-
bién a una mayor rapidez en la consecución del equili-
brio de la reacción de redistribución. Esto es particu-
larmente ventajoso en la producción de glicéridos re-
distribuidos, dirigidamente en donde son empleadas tem-
peraturas de reacción suficientemente bajas para permi-
tir la cristalización de los triglicéridos de más al-
to punto de fusión formados en el transcurso de la in-
teresterificación. En muchas ocasiones este tratamien-
to se efectúa a temperaturas inferiores a 120°F, tales
como 40°F-95°F, que dependen del glicérido que es tra-
tado. La facultad que tiene esta aleación de activarse
en un tiempo relativamente corto y de mantener una ele-
vada actividad a lo largo de la reacción de redistri-
bución es debida probablemente al hecho de que la alea-
ción, más bien que en forma de partículas sólidas ma-
leables o plásticas, se halla en forma de gotas que es-
tán en contacto con el glicérido durante la reacción.

215

220

La forma en que las aleaciones de sodio-potasio son
empleadas queda bien patente en los siguientes ejemplos,
que se deben considerar como tales y no como limitacio-
nes a la extensión del invento.

225

En estos ejemplos, a fin de evaluar aproximadamen-
te la extensión de la reacción de redistribución, se
empleó un procedimiento "standardizado" para determi-
nar el "cloud point". En este procedimiento de "cloud -
point" se toma una muestra del material a analizar, se
calienta a unos 60°C y se coloca en un vaso de tipo -
electrolítico, forma alta (Corning n° 1.140). La ins-
talación se provee de medios para agitar la muestra y

230



300180

235 para leer su temperatura. Una corriente de agua fría
a una temperatura menor que 7°C aproximadamente se
hace circular por la parte externa del vaso a una ve-
locidad tal que la temperatura de la mezcla glicerifí-
dica en el vaso baja de 60°C a 40°C aproximadamente en
1 minuto. El vaso y la muestra son atravesados por un
haz de rayos de luz blanca cuya intensidad es tal que
la de la luz transmitida, cuando la muestra es comple-
tamente líquida, provoca una corriente de 2 microampe-
res sobre una célula fotoeléctrica. La temperatura a
la cual la intensidad de la luz transmitida se reduce
al 31,4% de su valor inicial, como consecuencia de la
formación de cristales en todo el volumen de la mues-
tra, se toma como temperatura de "cloud point".

245 Ejemplo 1. En este ejemplo se usó manteca de cer-
do de primera calidad, extraída a vapor directo y se-
cada al vacío, de "cloud point" 17,4°C. Se añadieron
a 2.000 partes de esta manteca, a 97°F y bajo una at-
mósfera de nitrógeno, 5,4 partes de aleación sodio-
potasio constituida por partes iguales en peso de am-
bos metales. La mezcla de manteca líquida y aleación
fue agitada mecánicamente hasta lograr una dispersión
finamente dividida de la aleación en toda la masa de -
la manteca. Al final de un período de mezclado de 2,5
minutos, el color de la mezcla cambió desde un gris
claro a un marrón, indicando que el catalizador se ha-
bía activado y que se estaba produciendo la reacción
de interesterificación. Al final de un período total
de mezclado de 5 minutos se paraba la agitación y la
temperatura había subido alrededor de 115°F. Alre-
dedor de 2/5 partes de la mezcla tratada eran separa-
das y se trataban con un exceso de agua a fin de in-
activar el catalizador e hidratar los jabones forma-
dos por reacción del material graso con la aleación
de metales alcalinos. Después de esto la mezcla se -
dejaba reposar y el aceite tratado se filtraba para



300180

270

eliminar los jabones de sodio y potasio suspendidos. -
El "cloud point" de la manteca así tratada fué 22,6°C
lo que representó un aumento de 5,2°C sobre el "cloud
point" de la manteca original. Este cambio en el --
"cloud point" fué suficiente para indicar que se había
producido una interesterificación sustancial. El pe--
ríodo de reacción de 5 minutos requerido para llegar
a este resultado fué mucho más corto que el requerido
en presencia de sodio metálico incluso a temperaturas
sustancialmente más altas.

275

280

Ejemplo 2. Las restantes 3/5 partes de la mezcla
del ejemplo 1 se trasvasaron a un sistema de mezclado
capaz para grandes esfuerzos diseñado especialmente pa
ra mezclar sustancias muy viscosas o pulpas. La mezcla
de glicérido y catalizador se agitó y enfrió en el mez
clador a alrededor de 72°F en unos 10 minutos. Este en
friamiento provocó la cristalización de una porción -
sustancial de los glicéridos de más elevado punto de
fusión. La agitación de la pulpa se continuó y la tem
peratura de la masa se dejó subir hasta 80-85°F como
consecuencia de la liberación del calor de cristaliza
ción, y a continuación se mantuvo entre estos límites
de temperatura por espacio de 1 hora. Al final de es-
te período, se inactivó el catalizador con un exceso de
agua mientras la temperatura se mantuvo entre 80 y 85°F
y a continuación la mezcla resultante fué calentada a
120°F para fundir la porción sólida de la matenca. Los
jabones formados por reacción del metal alcalino con -
la grasa se dejaron sedimentar y el aceite decantado -
fué filtrado para eliminar los jabones de sodio y pota
sio suspendidos. Se encontró que el "cloud point" del
aceite filtrado fué 29,4°C, lo que representó un incre
mento de 6,8°C sobre el producto redistribuido del --
ejemplo 1 y de 12°C sobre la manteca original, lo cual
indicó que una parte sustancial de los ácidos grasos sa

285

290

295

300



300180

305 turados combinados en la manteca se habian reunido formando moléculas de glicéridos trisaturados que no existían en la grasa original o en la obtenida en el ejemplo número 1.

En la práctica de los ejemplos 1 y 2 puede emplearse la misma proporción en peso de una aleación 60-40 de potasio-sodio con resultados sustancialmente iguales.

310 El mejoramiento logrado en la velocidad de activación del catalizador y en la catálisis por el uso de la aleación líquida de sodio-potasio de acuerdo con el invento es notablemente ventajoso en los procesos continuos de redistribución de glicéridos, tanto en los de interesterificación al azar como en los de interesterificación dirigida. Estos mejoramientos han hecho posible una simplificación en el diseño del equipo y han abaratado el proceso por permitir el uso de tanques de retención, reactores, serpentines, etc. más pequeños.

315 El ejemplo siguiente es prototipo de un proceso continuo para la fabricación de un "shortening" de manteca de cerdo obtenido por redistribución dirigida.

320

Ejemplo 3. Una manteca de cerdo de primera clase extraída a vapor directo con un "cloud point" de 18,6°C

325 fué calentada continuamente a unos 330°F y bombeada a una velocidad de 100 lb/hr a través de una unidad de desecación a vacío de dos etapas que reducía su contenido de humedad alrededor del 0,01%. La corriente de manteca procedente del desecador a vacío era enfriada

330 continuamente a una temperatura de 104-108°F y se bombeaba continuamente en ausencia de aire a un sistema mezclador y dispersador de alta velocidad (Dispersador) cuya capacidad era suficiente para permitir un tiempo de retención o residencia de unos tres minutos.

335 Al mismo tiempo que se introducía en esta mezclador la manteca deshidratada, era agregada también continuamente una corriente de aleación sodio-potasio 50-50 a una

300180



340

velocidad de 0,23 lbs/hr. A continuación se hacía pasar continuamente por un serpentín, de volumen suficiente para que el tiempo de retención fuera de unos 15 minutos la dispersión constituida por la aleación finamente dividida en manteca procedente del mezclador. La mezcla que abandonaba este serpentín se hallaba a una temperatura de 108-110°F y una muestra tomada en este momento, después del tratamiento para inactivar el catalizador y separar los jabones, tenía un "cloud point" de 23,9°C, lo que era indicio de una interesterificación sustancial de la manteca de cerdo.

345

350

La mezcla de manteca de cerdo líquida y catalizador procedente del serpentín de reacción se descargaba en un pequeño tanque de regulación de donde se bombeaba continuamente a través de un cambiador de calor "standard" de paredes raspadas en el cual el tiempo de retención era de unos 0,5 minutos. El material salía del cambiador de calor a una temperatura de 68-71°F y contenía una nube densa de finos cristales de la grasa. A continuación esta mezcla parcialmente cristalizada pasaba continuamente a través de un pequeño tubo amasador en el cual la mezcla era agitada por término medio durante un tiempo de unos 2,5 minutos.

355

360

En el tubo amasador tenía lugar una rápida interesterificación con precipitación simultánea de los glicéridos insolubles como lo demuestra el hecho de que la temperatura de la mezcla que abandonaba el tubo amasador había subido hasta 81-83°F sin aportación externa de calor. Esta interesterificación dirigida fue confirmada por el hecho de que la manteca de cerdo interesterificada presentaba en este momento un "cloud point" de 29,7°C. La velocidad de la interesterificación dirigida de este ejemplo evaluada de esta manera era sustancialmente mayor que la que se había observado usando otros productos catalíticos.

365

370



300180

375

Para algunos fines es suficiente el grado de interesterificación dirigida alcanzado en este ejemplo por lo que el catalizador puede ser inactivado en este momento evitando durante esta operación cualquier cambio sustancial en la temperatura a fin de preservar los productos formados. Sin embargo para otros fines la reacción puede desplazarse en un mayor grado, aunque con una velocidad de interesterificación dirigida algo menor, hecho que se pone de manifiesto en un proceso ulterior descrito a continuación.

380

385

Sin desactivar el catalizador, la mezcla resultante del tratamiento antes indicado se pasaba a través de un segundo cambiador de calor de paredes raspadas cuyo tiempo de retención era de unos 5 minutos. La mezcla procedente del segundo cambiador de calor tenía una temperatura de 69-72°F. Esta mezcla era entonces alimentada continuamente a través de un gran reactor debidamente equipado para agitar suavemente la mezcla de grasa líquida y sólida sometido a la interesterificación dirigida. El tiempo de retención de este reactor era de 1,5 horas aproximadamente y la temperatura del producto que lo abandonaba de 86-90°F.

390

395

Manteniendo la temperatura del producto procedente del reactor dentro del intervalo 86-90°F, se inactiva el catalizador y se hidrataban los jabones formados durante la reacción, añadiendo una cantidad suficiente de agua. A continuación la manteca interesterificada fundida, que ahora tenía un "cloud point" del orden de 31,7°C, se separaba de los jabones y se transformaba en un "shortening" acabado, aceptable por un método convencional.

400

405

Ejemplo 4. Se agregaron 0,015 partes en peso (0,5 %) de una aleación sodio-potasio constituida por partes iguales en peso de ambos metales, a tres partes en



0180

410 peso de aceite de algodón refinado blanqueado y desodorizado de "cloud point" 3,3°C. La temperatura del aceite en el momento de la adición del catalizador era de 79°F. La dispersión de la aleación en forma finamente dividida se lograba agitando la mezcla vigorosamente con un dispersador mecánico Premier bajo una atmósfera de nitrógeno. Al cabo de 4 minutos de agitación, la mezcla adquiría color marrón lo que indicaba que el catalizador se había activado. Al final de un tiempo total de mezclado de 13 minutos, se paraba la agitación y se observaba que la temperatura había subido a 118°F. En este momento el catalizador era inactivado por adición de 0,15 partes de agua en peso aproximadamente.

415 Los jabones de sodio y potasio se dejaban sedimentar y el aceite decantado se filtraba para eliminar las partículas de jabón suspendidas. Se determinó el "cloud point" del aceite filtrado que resultó ser 11,9°C cifra que representa un aumento de 8,6°C sobre el "cloud point" del aceite original. Este hecho indicó que se había producido una redistribución sustancial de los radicales de los ácidos grasos, es decir, una interesterificación.

420

425

Ejemplo 5. El ejemplo 4 se repitió usando un catalizador a base de aleación de sodio-potasio constituida por un 10% en peso de sodio y un 90% en peso de potasio. La temperatura inicial fue de 82°F, el tiempo total de reacción de 20 minutos (habiendo interrumpido la agitación a los 13 minutos), y la temperatura final de 116°F. El "cloud point" del aceite aumentó de 3,3°C a 13,8°C, resultado que puso de manifiesto una interesterificación sustancial.

430

435

Los ejemplos anteriores se refieren a la redistribución molecular de la manteca de cerdo y del aceite de algodón en cuanto este proceso es catalizado por la aleación sodio-potasio, pero debe entenderse que, como es sabido, todas las grasas y aceites de natura-

440



300180

leza glicerídica bien sean animales, vegetales o marinos pueden ser modificados en su estructura molecular por la aplicación de la reacción de redistribución. -
445 Por eso el proceso es también aplicable con las correspondientes ventajas al tratamiento de todos los demás glicéridos, especialmente de aquellos que están constituidos por ácidos grasos combinados cuyas estructuras moleculares difieren en aspectos que afectan la solubilidad de los glicéridos (en cuya formación intervienen) 450 en el seno del sistema glicerídico, entre los que se incluyen el sebo, el aceite de palma, el aceite de algodón, el aceite de soja, el aceite de linaza, el aceite de coco y otros similares, así como mezclas de ellos.
455 El invento también puede ser aplicado ventajosamente a otras reacciones de redistribución molecular.

R E I V I N D I C A C I O N E S

1°. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR", -
caracterizado por la realización del reajuste catalítico de los radicales ácido graso en una mezcla de glicéridos, las etapas para introducir en esta mezcla de glicéridos, con fines de catálisis, una aleación de sodio-potasio conteniendo aproximadamente desde 460 de 75% a 3% de sodio y desde 25% a 97% de potasio, agitando la mezcla de glicéridos y aleación a una temperatura no sustancialmente mayor que 120°F, a la cual la citada aleación es líquida, y por este medio dispersar esta aleación en la masa del glicérido y efectuar el reajuste molecular. 470

2°. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el cual la mezcla glicerídica es la manteca de cerdo.

3°. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR", en el que la aleación contiene aproximadamente desde un 475 50% a un 15% de sodio y desde un 50% a un 85% de potasio.



480 4^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la aleación consta de alrededor de 50% de sodio y alrededor de 50% de potasio.

485 5^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la proporción catalítica de aleación sodio-potasio, referida a la mezcla glicerídica, está dentro del intervalo 0,2% a 1% en peso, calculado como sodio.

490 6^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la realización del reajuste molecular catalítico de los glicéridos, las etapas para introducir en la mezcla líquida de glicéridos, con fines catalíticos, una aleación líquida de sodio-potasio conteniendo aproximadamente desde un 50% a un 15% de sodio y desde un 50% a un 85% de potasio, dispersando la aleación en toda la masa de la citada mezcla de glicéridos a una temperatura no sustancialmente mayor que 120°F, efectuando la redistribución molecular, e inactivando el catalizador.

495 7^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la aleación se dispersa en forma de pequeñas gotas de diámetro medio no sustancialmente mayor que 50 micras.

500 8^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la redistribución molecular catalítica de los glicéridos, las etapas para introducir en una mezcla de glicéridos, en la cual una porción sustancial se encuentra en estado fundido, una aleación líquida de sodio-potasio conteniendo aproximadamente desde un 75% a un 3% de sodio y desde un 25% a un 97% de potasio, dispersando dicha aleación líquida en el seno de la mezcla de glicéridos a una temperatura no sustancialmente mayor que 120°F por medio de lo cual se efectúa la activación del catalizador, haciendo posible que la redistribución transcurre a una temperatura no sustancialmente mayor que 120°F a la que la aleación aún per

505

510



300180

manece líquida e inactivando el acatalizador.

515 9°. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la realización de la redistribución catalítica molecular de los glicéridos, las etapas para introducir, con fines catalíticos, una corriente de aleación sodio-potasio conteniendo aproximadamente desde un 50% a un 15% de sodio y desde un 50% a un 85% de potasio en el seno de una corriente de mezcla de glicéridos en la que la temperatura de los constituyentes mezclados no es sustancialmente superior a 120°F, sometiendo el conjunto de ambas corrientes a una acción mezcladora y dispersante en virtud de la cual el catalizador es activado, haciendo posible que la redistribución tenga lugar a una temperatura no sustancialmente mayor que 120°F e inactivando el catalizador.

520
525
530
535 10°. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que las etapas para introducir con fines catalíticos una corriente continua de una aleación líquida sodio-potasio conteniendo aproximadamente desde 50% a 15% de sodio y desde 50% a 85% de potasio en el seno de una corriente continua de una mezcla de glicéridos, siendo la temperatura del conjunto de ambos constituyentes no sustancialmente mayor que 120°F sometiendo el conjunto resultante de ambas corrientes a una acción mezcladora y dispersante en virtud de la cual se consigue la activación del catalizador, efectuando la redistribución a una temperatura no sustancialmente menor que 50°F y no sustancialmente mayor que 120°F, e inactivando el catalizador.

540 11°. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" en el que la reacción de redistribución es acompañada por la precipitación de glicéridos sólidos formados en el curso de la redistribución.



300180

545 12^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" -
en el que la reacción de redistribución se realiza en
la manteca de cerdo.

550 13^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" -
en el que la realización de la redistribución catalíti-
ca de los radicales ácido graso en una mezcla de gli-
cêridos, las etapas para introducir en el seno de la -
citada mezcla glicêridica, con fines catalíticos, una
aleación de sodio-potasio que contiene aproximadamen-
te desde un 75% a un 3% de sodio y desde un 25% a un
97% de potasio, agitando la mezcla de glicêridos y --
555 aleación a una temperatura no sustancialmente mayor -
que 120°F a la cual esta aleación es líquida, y por -
este medio dispersar esta aleación en el seno de la -
mezcla glicêridica, y efectuando la redistribución mo-
560 lecular a una temperatura no mayor que 120°F a la cual
la aleación se encuentra líquida.

565 14^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR" -
en el que la proporción catalítica de aleación sodio--
potasio, referida a la mezcla de glicêridos, está den-
tro del intervalo 0,2% a 1% en peso, calculada como -
sodio.

570 15^a. "PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR"
en el que la realización de la redistribución molecu-
lar catalítica de los glicêridos, las etapas para in-
troducir en la mezcla líquida de glicêridos, con fi-
nes catalíticos, una aleación líquida de sodio-potasio
que contiene aproximadamente desde 50% a 15% de sodio
y desde 50% a 85% de potasio, dispersando la aleación
en el seno de la citada mezcla de glicêridos a una --
575 temperatura no sustancialmente mayor que 120°F, a la
cual la aleación es líquida, efectuando la redistri-
bución molecular a una temperatura a la que la alea-
ción permanece, líquida, pero no superior a 120°F, e
inactivando el catalizador.



300180

580

16ª. PROCEDIMIENTO DE REDISTRIBUCION MOLECULAR", -
tal y como se describe en el cuerpo de esta Memoria -
que consta de dieciocho páginas escritas por una sola
cara.

Madrid,

23 MAY 1964