



306.224

306224

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

..... PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "PROCEDIMIENTO

DE HIDROGENACION SELECTIVA DE ESTERES DE ACI

DOS GRASOS POLIINSATURADOS"

a favor de

..... UNILEVER N.V.

domiciliado en Museumpark 1, Rotterdam, Holan

da.

PRIORIDAD: de la solicitud de patente britá
nica nº 45.646/63 del 19 de noviem
bre de 1.963.

INVENTOR: Richard Friedrich Adolf Schulz, de
nacionalidad alemana.

306224



Esta invención se relaciona con un procedimiento de hidrogenación selectiva de ésteres de ácidos grasos poliinsaturados en presencia de un catalizador de hidrogenación.

5 La hidrogenación de grasas (incluyendo aceites) que contienen ésteres de ácidos grasos monoinsaturados y poliinsaturados (incluyendo a los diinsaturados) combinados, y de mezclas de ésteres de tales ácidos, puede seguir diferentes caminos de acuerdo con las condiciones de reacción y la naturaleza del catalizador, Asi, por ejemplo, las reacciones a consi-
10 derar en tal hidrogenación incluyen la reducción de ésteres de ácidos poliinsaturados a ésteres de ácidos monoinsaturados y la reducción de ésteres de ácidos monoinsaturados a ésteres de ácidos saturados. Una hidrogenación llevada a cabo de mane-
15 ra tal que favorezca la primera de estas reacciones a expensas de la segunda puede decirse que exhibe selectividad respecto al ácido oleico. A lo largo de esta descripción se hace referencia a tal hidrogenación por hidrogenación selectiva. Es uno de los objetos de la presente invención favorecer esta se-
lectividad.

20 Se ha comprobado ahora que el objeto referido puede conseguirse mediante el empleo de cierta clase de sustancias como aditivos durante la hidrogenación. En la hidrogenación de aceites insaturados mediante el procedimiento de la invención, como se forma menos ácido graso saturado combinado respecto al
25 que se produciría bajo condiciones comparables en ausencia del aditivo, pueden obtenerse productos de inferior punto de reblandecimiento y el procedimiento proporciona un método de obtención, a partir de aceites poliinsaturados, de productos casi completamente líquidos de perfeccionada capacidad de con-
30 servación en comparación con el aceite sin endurecer.

306224¹ D



5 La invención proporciona un procedimiento de hidrogenación selectiva de ésteres de ácidos grasos poliinsaturados en presencia de un catalizador de hidrogenación, en el que la hidrogenación se lleva a cabo en presencia de una pequeña proporción de una sustancia no ácida, como aditivo, que contenga uno o más grupos hidroxilos alcohólicos, o un compuesto que produzca tal sustancia no ácida en el curso de la hidrogenación.

10 El aditivo es preferiblemente una sustancia no ácida que contenga uno o más grupos hidroxilos alcohólicos o un compuesto que produzca tal sustancia no ácida en el curso de la hidrogenación y cuya sustancia o compuesto solo contiene los elementos carbono, hidrógeno y oxígeno.

15 El aditivo puede ser un alcohol polihídrico, tal como por ejemplo, sorbitol o manitol, o un alcohol polihídrico sustituido, por ejemplo un éster de ácido graso parcial de un alcohol polihídrico, o un alcohol monohídrico, tal como por ejemplo un butanol o un octanol, siendo preferibles los alcoholes monohídricos primarios. El aditivo puede ser uno que con-
20 tenga, además del grupo hidroxilo, uno o más enlaces etéreos, por ejemplo etanol butoxilo. Como aditivo, pueden usarse también compuestos que produzcan una sustancia no ácida que contenga uno o más grupos hidroxilos alcohólicos en el curso de la hidrogenación, por ejemplo aldehídos tales como benzaldehído.

25 La pequeña proporción de aditivo usada durante el procedimiento de hidrogenación puede variar del 0,01 a menos del 5%, por ejemplo del 0,2 al 4 ó 4,5%, calculado sobre el peso de los ésteres a tratar. Es conveniente trabajar con proporciones del aditivo tan bajas como resulten compatibles con la ob-
30 tención del deseado efecto sobre la selectividad de la hidrogenación.

306224



5 nación. Esta proporción depende de la específica sustancia no ácida empleada o del compuesto empleado para producir dicha sustancia en el curso de la hidrogenación, así como de las condiciones de la reacción. Para ciertos alcoholes polihídricos, por ejemplo sorbitol, se emplea normalmente una proporción del 0,2% en peso respecto al aceite, en tanto que para el n-octanol se obtienen buenos resultados cuando se emplea una proporción del 2,0% por peso del aceite.

10 Los aditivos ejercen su influencia sobre amplias variaciones de temperatura, hasta el punto, en que un incremento de temperatura hace que desaparezca el aditivo del sistema, por ejemplo por evaporación o descomposición. En general, el nivel de temperaturas del procedimiento es de 60 a 180°C aproximadamente, obteniéndose los mejores resultados al nivel de 100 a 140°C.

15 El catalizador que puede emplearse es formato de níquel reducido, níquel Raney y níquel sobre vehículos, por ejemplo kieselguhr y similares. La hidrogenación se lleva preferiblemente a cabo en presencia de un catalizador de níquel fresco.

20 La cantidad de catalizador depende del que específicamente se emplee y, aunque puede incorporarse hasta un 3,0% por peso de metal, calculado sobre el aceite, es preferible usar del 0,05 al 1% en peso.

25 El aditivo puede introducirse en el aceite o en la mezcla de aceite y catalizador reducido, o bien puede añadirse al catalizador reducido.

30 Los catalizadores del tipo referido pueden mostrar varios grados de selectividad. Los aditivos según la presente invención han resultado favorecer la selectividad en los cata

306224

27 FA



06224

lizadores de todas estas clases, siendo mayor la mejora al disminuir la selectividad del propio catalizador.

La presión de hidrógeno puede variar entre amplios límites, tales como entre la presión atmosférica y 50 atmósferas, pero preferiblemente será del orden de 1 a 8 atmósferas. El grado de hidrogenación de los aceites depende del tipo de aceite sin endurecer y del tipo de producto que ha de prepararse. Se han obtenido excelentes resultados, como se ilustra en los siguientes ejemplos, mediante hidrogenación con disminuciones en el valor del yodo comprendidas entre 25 y 50 unidades, pero se comprenderá que la reducción en el valor del yodo puede ser sustancialmente menor, por ejemplo de 5 a 10 o 20 unidades, o sustancialmente mayor, por ejemplo de 70 a 100 unidades.

Otra ventaja del procedimiento según la invención es la de que empleando sustancias no ácidas que contengan uno ó más grupos hidroxilos alcohólicos o compuestos que produzcan dichas sustancias en el curso de la hidrogenación, puede mejorarse considerablemente el color del producto endurecido en comparación con el del producto obtenido por hidrogenación -- sin dichas sustancias. Una hidrogenación de aceite de habas de soja con un catalizador de níquel, por ejemplo, resultó en un valor de color de 2,1 (escala bicromática), en tanto que llevando a cabo la hidrogenación en presencia de una sustancia de acuerdo con la invención bajo otras condiciones de -- reacción idénticas, se obtuvieron valores cromáticos comprendidos entre 1,75 y 1,25. Un subsiguiente procedimiento de refinado no dió lugar a un deterioro del color.

Otra notable ventaja de la presente invención es la perfeccionada capacidad de filtrado del catalizador al final

306224

- 6 - 27



5 del procedimiento. Así, por ejemplo, la filtración del catalizador después de una hidrogenación en presencia de sorbitol a 140°C requirió solo la mitad del tiempo necesario para la filtración después del mismo procedimiento de hidrogenación sin sorbitol.

10 Los aceites tratados de acuerdo con la invención poseen perfeccionadas cualidades de conservación y pueden emplearse para la preparación de productos grasos comestibles, tales como por ejemplo aceites para ensaladas, margarinas, mantequillas para reposterías, etc. El procedimiento puede aplicarse a diferentes tipos de aceite, tales como por ejemplo aceites vegetales como los de habas de soja, palma, semillas de algodón, de cacahuate, de colza, y aceites animales, como el aceite marino ó mezclas de ellos. El aceite marino debe someterse preferiblemente a un tratamiento desulfurizador antes de la hidrogenación, a fin de obtener un producto hidrogenado con un sabor aceptable. Otra ventaja de este tratamiento previo es la de que se disminuye simultáneamente el punto de reblandecimiento del aceite hidrogenado.

15 20 Seguidamente se ilustrará la presente invención con ayuda de los siguientes ejemplos, en los que todos los porcentajes son por peso del aceite.

EJEMPLO 1

25 30 Se endurecieron dos volúmenes iguales de un aceite de habas de soja que tenían un valor de yodo de 135 en presencia de un 0,3% de níquel en forma de un catalizador de níquel sobre kieselguhr a 140°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, a un valor de yodo de 88 aproximadamente, uno en ausencia y el otro en presencia del 0,2% de sorbitol. En el último caso se añadió el sorbitol a la mezcla de aceite y catalizador inmediatamente antes



306224

5 del comienzo de la hidrogenación. El catalizador se preparó por precipitación a partir de una sal de níquel soluble en agua, tal como sulfato de níquel, en presencia de un vehículo, tal como kieselguhr, y reducción por tratamiento térmico a 450°C en presencia de hidrógeno.

Las características de los productos obtenidos se resumen en la siguiente tabla.

	En bruto	Con adición del 0,2% de sorbitol
Punto de fusión en °C	27,5	25,0
10 Color (escala bicromática)	2,6	1,7
Valor de yodo	87,5	87,7
Dilataciones a: 0°C	485	425
15 15°C	285	205
20°C	185	120
25°C	105	65
30°C	45	20
35°C	10	5
40°C	0	0

20 Los valores sobre dilatación indicados anteriormente fueron determinados por el método descrito en la memoria de patente británica nº 827.172.

EJEMPLO 2

25 Se endurecieron dos volúmenes iguales de aceite de habas de soja de la misma composición empleada en el ejemplo 1, en presencia del 0,4% de níquel en forma de un catalizador de formato de níquel a 140°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, a un valor de yodo de 92 a 94 aproximadamente, uno en ausencia y el otro en presencia del 0,2% de sorbitol. El catalizador se preparó por descomposición de formato de níquel en aceite a 30 una temperatura de 250°C.

- 8 -
306224



Los productos obtenidos tenían las siguientes características:

	<u>En bruto</u>	<u>Con adición del 0,2% de sorbitol</u>
5 Punto de fusión en °C	26,0	22,5
Color (escala bicromática)	4	2
Valor de yodo	94,4	91,7
Dilataciones a: 0°C	330	350
15 15°C	190	140
10 20°C	125	70
25°C	65	30
30°C	20	0
35°C	0	-

EJEMPLO 3

15 Se endurecieron dos volúmenes iguales de aceite de habas de soja de la misma composición usada en el ejemplo 1, en presencia de un 0,4% de níquel en forma de níquel Raney a 140 °C y 1 atm. de presión de hidrógeno, a un valor de yodo de 92 a 95 aproximadamente, uno en ausencia y el otro en presencia
20 de un 0,2% de sorbitol. Este se añadió a la mezcla de aceite y catalizador antes de la hidrogenación. El catalizador se preparó por tratamiento de una aleación de níquel y aluminio con hidroxilo alcalino.

25 Las propiedades de los productos obtenidos se indican en la siguiente tabla:

	<u>En bruto</u>	<u>Con adición del 0,2% de sorbitol</u>
Punto de fusión en °C	20,5	19,0
Color (escala bicromática)	2,0	1,5
Valor de yodo	95,3	91,6
30 Dilataciones a: 0°C	285	280



306224

Dilataciones a:	15°C	100	90
	20°C	80	30
	25°C	5	0
	30°C	0	-

5

EJEMPLO 4

Se endurecieron dos volúmenes iguales de aceite de habas de soja de la misma composición empleada en el ejemplo 1 en presencia de un 0,2% de níquel en forma de un catalizador de níquel sobre kieselguhr a 140°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, a un valor de yodo de 95 aproximadamente, uno en ausencia y el otro en presencia de un 0,2% de sorbitol. El catalizador empleado, como se verá en la columna "en bruto" seguidamente indicada, tenía una selectividad muy baja.

10

Las características de los productos obtenidos son - como sigue:

15

	<u>En bruto</u>	<u>Con adición del 0,2% de sorbitol</u>
Punto de fusión en °C	52,0	29,0
Valor de yodo	94,9	95,7
Dilataciones a: 0°C	670	480
	15°C	620
	20°C	585
	25°C	550
	30°C	520
	35°C	480
	40°C	430
	45°C	380
	50°C	290
	55°C	140
	60°C	0

20

25

30

- 10 -
306224



Contenido en ácido esteárico, % ^x	18,0	7,6
Contenido en ácido oleico, % ^x	34,5	53,3

^xDeterminado por cromatografía gas-líquido.

EJEMPLO 5

5 Se endurecieron dos volúmenes iguales de aceite de ha-
bas de soja de la misma composición empleada en el ejemplo 1,
en presencia de un 0,2% de níquel en forma de níquel Raney, a
100°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, a un valor de yodo de
89 aproximadamente, uno en presencia y el otro en ausencia, -
10 del 4% de n-butanol. El butanol se añadió al catalizador redu-
cido, después de lo cual se añadieron el catalizador y el adi-
tivo al aceite.

Los productos obtenidos poseían las siguientes propie-
dades:

	<u>En bruto</u>	<u>Con adición del 4% de n-butanol</u>
15 Punto de fusión en °C	28,0	21,0
Valor de yodo	89,9	88,4
Dilataciones a: 0°C	390	370
15°C	290	155
20 20°C	215	75
25°C	155	20
30°C	85	5
35°C	40	0
40°C	0	-
25 Contenido en ácido esteárico, % ^x	9,0	5,5
Contenido en ácido oleico, % ^x	54,0	65,0

^xDeterminado por cromatografía gas-líquido.

EJEMPLO 6

30 Se endurecieron varios aceites a 140°C y 1 atm. de pre-
sión de hidrógeno en presencia de un catalizador de níquel so-

306224



bre kieselguhr, sin (A) y con un 0,2% de sorbitol (B). Los resultados fueron los siguientes:

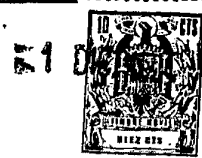
5		Aceite de soja		Aceite de sem. algodón		Aceite de caca huete.		Aceite Colza.		Fracción aceite de palma.	
		A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
	Porcenta je de Ni	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,5	0,3	0,4
	Punto de fusión °C	21,5	18,0	28,0	27,0	30,0	28,0	29,5	28,5	44,0	42,5
10	Color (es cala bicromática)	3,0	1,4	4,0	3,0	1,75	0,5	3,25	3,0	4,25	3,25
	Valor de yodo	93,4	93,1	82,7	84,7	67,7	69,5	69,4	68,9	39,6	42,7
	Dilatacio nes a:										
15	0°C	380	335	550	425	980	695	1050	905	1490	1245
	15°C	160	130	340	265	655	360	760	675	1490	1210
	20°C	85	50	270	195	415	200	495	435	1440	1130
	25°C	20	0	155	105	220	60	265	215	1360	955
	30°C	0	-	55	30	80	15	80	60	1155	670
20	35°C	-	-	0	0	0	0	0	0	845	450
	40°C	-	-	-	-	-	-	-	-	505	235
	45°C	-	-	-	-	-	-	-	-	185	5
	50°C	-	-	-	-	-	-	-	-	0	0

EJEMPLO 7

25 Se determinó luego la influencia de varias substancias no ácidas endureciendo un aceite de habas de soja a 140°C y 1 atm. de presión de hidrógeno en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de níquel sobre kieselguhr. - Los resultados fueron los siguientes:

30 -----

- 12 -
306224



	En bru to	Sorbi tol	Manni tol	Gli col	Eritri tol	Trieta nolami na	Glice rol	Exeno diol
% añadido	-	0,2	0,2	0,2	0,35	0,5	0,2	0,2
Punto fu- sion en °C	30,0	20,0	20,5	21,0	20,0	19,0	23,5	21,0
Valor yodo	92,9	94,0	95,4	95,4	91,5	94,4	94,8	93,9
Color (es cala bi- cromáti- ca)	2,2	1,4	1,4	1,75	1,25	1,5	1,6	1,6
Dilatacio nes a:								
0°C	375	270	270	325	355	290	335	385
15°C	270	100	90	155	105	105	150	180
20°C	185	45	45	100	55	40	95	150
25°C	120	5	15	45	10	10	45	50
30°C	60	0	0	5'	0	0	20	15
35°C	40	-	-	0'	-	-	0	0
40°C	10	-	-	-	-	-	-	-
45°C	0	-	-	-	-	-	-	-
Contenido en ácido esteárico %x	9,0	5,5	5,5	4,5	6,0	6,0	5,0	5,0
Contenido en ácido oléico %x	51,0	55,0	57,0	56,0	55,5	50,5	57,5	59,0

*Determinado por cromatografía gas-líquido.

EJEMPLO 8

25 Se endureció aceite de habas de soja, conteniendo un 4,0% de ácido esteárico, un 23,0% de ácido oleico, un 55,0% de ácido linoleico y un 7,0% de ácido linolénico, con un valor de yodo de 134,7, en presencia de un 0,2% de níquel en forma de un catalizador de níquel sobre kieselguhr, a 100°C y 1 atm.

30 de presión de hidrógeno en presencia de varias sustancias no



306224

ácidas. Los resultados fueron los siguientes:

	<u>Butoxi</u> <u>etanol</u>	<u>1-metoxi</u> <u>propanol</u> <u>-2</u>	<u>Eter digli</u> <u>col-monoeti</u> <u>lico</u>	<u>En</u> <u>bruto</u>
	(1)	(2)	(3)	(4)
5 Porcentaje añadi do	4,0	4,0	4,0	-
Valor de yodo	107,9	108,4	107,4	107,4
Contenido en ácido esteári- co, % [*]	4,5	4,5	4,5	8,0
10 Contenido en ácido oleico, % ^{**}	43,0	44,5	44,0	40,5
Contenido en ácido linolei- co % [*]	40,0	38,5	38,0	36,0
Contenido en ácido linolé- nico, % [*]	2,5	2,5	2,5	2,0
15 Contenido en trans-ácidos, % ^{***}	13,0	13,0	16,0	15,0

* Determinado por cromatografía gas-líquido.

** Determinado por espectroscopia infrarroja.

20 Los productos 1, 2 y 3 poseían excelentes cuali-
dades de conservación y aroma y eran casi completamente lí-
quidos.

EJEMPLO 9

25 Se endurecieron dos volúmenes iguales de un acei-
te de habas de soja de la misma composición empleada en el -
ejemplo 8, en presencia de un 0,2% de níquel en forma de ca-
talizador de níquel sobre kieselguhr, a 100°C y 1 atm. de pre-
sión de hidrógeno, uno en ausencia y el otro en presencia de
un 2,5% de monoestearato de polietilenoglicol.

30 Los productos obtenidos tenían las siguientes ca-
racterísticas:

306224



Monosteato de polietileno-glicol.

En bruto

	Porcentaje añadido	2,5	-
	Valor de yodo	88,6	89,4
5	Contenido en ácido esteárico, % x	7,0	10,0
	Contenido en ácido oleico, % x	63,5	58,0
	Contenido en ácido linoleico, % x	17,0	20,5
10	Contenido en ácido linolénico, % x	Vestigios	Vestigios
	Contenido en ácidos trans, % xx	26,0	23,0

x Determinado por cromatografía gas-líquido.

xx Determinado por espectroscopia infrarroja.

15

EJEMPLO 10

Se endurecieron dos volúmenes iguales de un aceite de habas de soja de la misma composición empleada en el ejemplo 8, en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de níquel sobre kieselguhr, a 100°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, uno en ausencia y el otro en presencia de un 4% de n-octanol.

20

Los productos obtenidos tenían las siguientes características:

		<u>n-octanol</u>	<u>En bruto</u>
25	Porcentaje añadido	4,0	-
	Valor de yodo	101,4	102,0
	Contenido en ácido esteárico, % x	5,5	8,0
	Contenido en ácido oleico, %	46,0	44,0
	Contenido en ácido linoleico, % x	32,0	32,5
30	Contenido en ácido linolénico, % x	1,5	3,5
	Contenido en ácidos trans, % xx	15,0	16,0



306224

* Determinado por cromatografía gas-líquido.

** Determinado por espectroscopia infrarroja.

EJEMPLO 11

5

Se endurecieron dos volúmenes iguales de un aceite de habas de soja de la misma composición empleada en el ejemplo 8, en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de níquel sobre kieselguhr, a 100°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, uno en ausencia y el otro en presencia de un 4% de furfurilalcohol.

10

Los productos obtenidos tenían las siguientes características:

	<u>Alcohol furfurilo</u>	<u>en bruto</u>
Porcentaje añadido	4,0	-
Valor de yodo	109,9	110,0
Contenido en ácido esteárico, %*	5,0	6,5
Contenido en ácido oleico, %*	42,5	37,0
Contenido en ácido linoleico %*	39,5	41,0
Contenido en ácido linolénico %*	0,5	3,0
Contenido en ácidos trans, %**	17,0	13,0

15

* Determinado por cromatografía gas-líquido.

20

** Determinado por espectroscopia infrarroja.

El producto obtenido de acuerdo con la invención era casi completamente líquido.

EJEMPLO 12

25

Un aceite de ballena, que había sido sometido a un tratamiento de desulfurización con vapor de agua y catalizador de níquel en ausencia de hidrógeno y que contenía un 2,5% de ácido esteárico, un 32,0% de ácido oleico y un 4,0% de ácido linoleico y tenía un valor de yodo de 121,2, fue endurecido en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de

30

306224



5

níquel sobre kieselguhr a 90°C y 1 atm. de presión de hidrógeno en presencia de un 4% de metoxietanol. El metoxietanol se añadió al aceite después de la reducción del catalizador. Como resultado del tratamiento de desulfurización, el contenido en azufre del aceite de ballena descendió desde 24 ppm a 8 ppm aproximadamente.

Las características del producto obtenido fueron las siguientes:

10

Punto de fusión en °C 22,0

Valor de yodo 86,4

Contenido en ácido esteárico %^{*} 5,0

Contenido en ácido oleico, %^{*} 38,5

Contenido en ácido linoleico, %^{*} 3,5

15

Contenido en ácidos trans, %^{**} 28,0

Dilataciones a: 0°C 450

15°C 195

20°C 110

25°C 5

30°C 0

20

* Determinado por cromatografía gas-líquido.

** Determinado por espectroscopia infrarroja.

Se obtuvo un producto líquido con razonables cualidades de conservación y aroma.

25

EJEMPLO 13.

Se endureció aceite de colza en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de níquel sobre kieselguhr a 90°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, una parte en ausencia y otra en presencia de un 4% de metoxietanol. Los resultados se resumen a continuación:

30

306224



	En bruto	Con adición del 4% de metoxietanol.
Valor de yodo	89,2	89,3
Contenido en ácido esteárico, % [*]	3,5	2,0
Contenido en ácido oleico, % [*]	26,0	26,5
5 Contenido en ácido linoleico, % [*]	13,0	15,5
Contenido en ácido linolénico, % [*]	3,0	1,5
Contenido en ácido gadoleico, % [*]	7,0	8,0
Contenido en ácido araquídico, % [*]	2,0	Vestigios
Contenido en ácido behénico, % [*]	2,5	Vestigios
10 Contenido en ácido erúcico, % [*]	36,5	42,0
Contenido en ácidos trans, % ^{**}	14,0	17,5

* Determinado por cromatografía gas-líquido.

** Determinado por espectroscopia infrarroja.

15 Como puede verse por los anteriores resultados, se forma ácido graso saturado en menor proporción, tal como ácido esteárico, ácido araquídico y ácido behénico, en el endurecimiento con el aditivo.

EJEMPLO 14

20 La influencia de la temperatura de la hidrogenación se determinó endureciendo un aceite de habas de soja en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de níquel sobre kieselguhr a 100°C y 140°C en presencia de un 0,3% así como en ausencia, de sorbitol. El catalizador usado, como se verá por la columna "en bruto", tenía una selectividad muy baja. -

25 Los resultados fueron como sigue:

	100°C		140°C	
	En bruto	Con sorbitol	En bruto	Con sorbitol
Punto fusión, °C	46,5	43,0	52,0	25,5
30 Valor de yodo	93,8	93,8	94,9	95,6
Dilataciones a: 0°C	535	460	670	420

306224



5	Dilataciones a:	15°C	495	405	610	185
		20°C	465	355	585	105
		25°C	430	300	550	40
		30°C	375	240	520	15
		35°C	330	170	480	0
		40°C	235	150	430	-
		45°C	200	125	380	-
		50°C	160	5	290	-
		55°C	45	0	140	-
10		60°C	0	-	0	-

Contenido en ácido esteárico, % * 16,0 12,5 18,0 7,0

Contenido en ácido oleico, % * 42,0 47,5 34,5 54,5

Contenido en ácidos trans, % ** 15,0 18,5 21,5 33,0

15

* Determinado por cromatografía gas-líquido.

** Determinado por espectroscopia infrarroja.

EJEMPLO 15

20

Se endurecieron dos volúmenes iguales de aceite de habas de soja en presencia de un 0,2% de níquel en forma de catalizador de níquel sobre kieselguhr a 140°C y 1 atm. de presión de hidrógeno, a un valor de yodo de 93 aproximadamente, uno en ausencia y otro en presencia de un 0,35% de benzaldehído. Las características de los productos obtenidos están resumidas en la siguiente tabla:

25

	En bruto	Con adición de un 0,35% de benzaldehído.
Punto de fusión en °C	30,0	21,0
Valor de yodo	92,9	94,0
Color (escala bicromática)	2,2	2,0
Dilataciones a: 0°C	375	345

30

306224

1 DIC



5	Dilataciones a:	15°C	270	110
		20°C	185	65
		25°C	120	20
		30°C	60	5
		35°C	40	0
		40°C	10	-
		45°C	0	-

Contenido en ácido esteárico, %^x 9,0 5,0

Contenido en ácido oleico, %^x 51,0 57,0

10 ^x Determinado por cromatografía gas-líquido.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

15 1. Procedimiento de hidrogenación selectiva de ésteres de ácidos grasos poliinsaturados en presencia de un catalizador de hidrogenación, caracterizado porque la hidrogenación se lleva a cabo en presencia de una pequeña proporción de una sustancia no ácida, como aditivo, que contenga uno ó más grupos hidroxilos alcohólicos, o un compuesto que produzca tal sustancia no ácida en el curso de la hidrogenación.

20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como sustancia no ácida que contiene uno o mas grupos hidroxilos alcohólicos o como compuesto que produce tal sustancia no ácida en el curso de la hidrogenación, se usa -

25 una sustancia o un compuesto que contenga solamente los elementos carbono, hidrógeno y oxígeno.

30 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque como sustancia no ácida, se usa un alcohol polihídrico o un alcohol polihídrico sustituido.

4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracte



20
306224

5. Procedimiento porque como alcohol polihídrico se usa sorbitol o manitol.

5

5. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque como alcohol polihídrico sustituido se usa un éster de ácido graso parcial de un alcohol polihídrico.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque como aditivo se usa un alcohol monohídrico.

10

7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque como alcohol monohídrico se usa un alcohol monohídrico primario.

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el aditivo contiene, además del grupo hidroxilo, uno o más enlaces etéreos.

15

9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la cantidad de aditivo usada durante el procedimiento de hidrogenación es del 0,2 al 4%, calculada sobre el peso de los ésteres a tratar.

20

10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la hidrogenación se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 60 y 180°C y a una presión de 1 a 50 atm.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque se emplea una temperatura de 100 a 140°C.

25

12. Procedimiento según las reivindicaciones 10 u 11 caracterizado porque se emplea una presión de 1 a 8 atm.

30

13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque la hidrogenación se lleva a cabo hasta obtenerse una disminución en el valor de yodo de 25 a 50 unidades.

306224



14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque se hidrogenan aceites vegetales, aceites animales o mezclas de ellos.

5

15. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque se hidrogena un aceite marino que ha sido sometido a un tratamiento de desulfurización antes de la hidrogenación.

10

16. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita "PROCEDIMIENTO DE HIDROGENACION SELECTIVA DE ESTERES DE ACIDOS GRASOS POLIINSATURADOS".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintiuna páginas mecanografiadas.

15

Madrid, 19 de noviembre 1964

ALFONSO UNGRIA

P.P.

20

25

30