



15 NO

Nº 346.959

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante : UNILEVER N. V.

Residencia : Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda

Enunciado : "PROCEDIMIENTO PARA FRACCIONAR MEZCLAS DE  
SUSTANCIAS ORGANICAS"

Prioridad : De la solicitud de patente inglesa No. 50.419/66  
de 10 de Noviembre de 1966.

vo.

**POOR  
QUALITY**



Este invento se refiere a mejoras en el fraccionamiento, en particular a un método para fraccionar una mezcla de sustancias orgánicas, especialmente grasas u otros materiales grasos que posean diferentes gravedades específicas, estando presente al menos una fase sólida.

Muchas sustancias grasas están constituidas por mezclas de compuestos, que difieren entre sí en cuanto a propiedades físicas y químicas. A cierta temperatura, por ejemplo, un componente puede ser sólido y otro líquido. En particular los aceites y grasas vegetales o animales se componen de mezclas de triglicéridos que difieren en longitud de cadena y grado de saturación de los radicales ácidos, una parte de los cuales es líquida y otra sólida a temperatura ambiente. A menudo es conveniente fraccionar tales mezclas, para cuyos fines se han desarrollado varios procedimientos en el curso del tiempo.

Es posible someter una mezcla de un componente líquido y un componente sólido a una elevada presión para expulsar el material líquido. Tal procedimiento, sin embargo, no resulta muy eficaz, requiere un gran consumo de energía e intenso trabajo y a penas puede desarrollarse en forma continua.

Otro método para separar mezclas de materiales líquidos y sólidos, en especial materias grasas, comprende enfriar una solución de la mezcla en un disolvente. No obstante, tal método requiere el uso de importantes cantidades de disolventes volátiles.

Puede llevarse a cabo una separación sin usar disolventes volátiles dispersando la mezcla grasa en una cantidad considerable de una solución acuosa de un agente humectante y efectuar la separación mediante sedimentación o centrifugado. En tal procedimiento puede observarse la formación de tres capas, de las cuales la superior está compuesta por el material graso líquido, la intermedia



15 NOV. 1955

contiene esencialmente el material graso sólido en forma cristalina y la inferior está formada por la solución acuosa que aun contiene cristales sólidos en suspensión.

5 Con frecuencia las dos capas inferiores forman más o menos una capa en la cual disminuye la concentración de cristales en proporción a medida que aumenta la distancia de la capa grasa líquida. Como quiera que los componentes grasos líquidos y sólidos se hallan próximos unos a otros resulta bastante difícil en la práctica separar ambas fracciones en estado puro, es decir, sin  
10 llevar consigo la fracción sólida con la fracción líquida e viceversa.

15 El principal objeto del presente invento es facilitar un procedimiento perfeccionado para fraccionar mezclas de sustancias orgánicas que posean diferente gravedad específica, en especial sustancias grasas que contengan al menos una fracción sólida cristalina a la temperatura de separación, utilizando un medio acuoso en el cual se forma un sistema de tres capas donde se separan la dispersión líquida y la sólida concentrada por medio de una capa acuosa.

20 El invento proporciona un nuevo procedimiento para el fraccionamiento de mezclas de sustancias orgánicas, especialmente sustancias grasas, estando presente al menos una fracción sólida a la temperatura de separación, en fracciones con gravedades específicas diferentes, en el cual se utiliza un medio acuoso cuya gravedad específica a la temperatura de separación no es mayor que la  
25 de la fase sólida que ha de separarse y no menor que la de la fase orgánica líquida. Con preferencia, se ajustará de tal modo la gravedad específica de la solución acuosa que sea sensiblemente la misma que la gravedad media de ambos componentes susceptibles de  
30 fraccionamiento. Al fraccionar mezclas de triglicéridos, tal pro-

15 NOV.



5

10

15

20

25

30

cedimiento puede preferentemente llevarse a cabo usando una solución amoniacal acuosa de tal intensidad que su gravedad específica no sea superior a 0,99 y no inferior de 0,85, con preferencia entre 0,97 y 0,90. Cuando se mezclan la sustancia grasa y la solución amoniacal se forman tres capas, de las cuales la superior es la fracción grasa líquida, la intermedia está compuesta por la solución amoniacal acuosa, mientras que la inferior está formada por la fracción sólida densa cristalina, consistente en una dispersión concentrada de los cristales sólidos en el medio acuoso. El hecho de que las dos fases orgánicas que han de separarse se hallen separadas por una capa acuosa en la cual ninguna de ellas es esencialmente soluble facilita en gran medida la separación precisa.

En caso de partir de una mezcla grasa completamente líquida a una temperatura sensiblemente superior a la de separación, que se alcanza después para efectuar la deseada cristalización, se mezcla convenientemente la sustancia grasa en el medio acuoso con agitación, preferentemente después de haber terminado el tratamiento de enfriamiento y haber logrado un equilibrio, tras de lo cual se efectúa la sedimentación o centrifugado. El equilibrio se obtiene tras un periodo de tiempo que puede variar principalmente según las propiedades de la mezcla tratada. Para un producto como sebo natural este periodo puede ser hasta de 6 horas, y aún mayor para otras grasas. Es conveniente agitar las mezclas grasas durante un corto tiempo después de añadir la solución amoniacal, a fin de obtener una total distribución de los ingredientes.

No obstante, también puede efectuarse la cristalización en presencia de la solución amoniacal acuosa, pero también entonces es más efectiva la separación después de un periodo de



tiempo suficiente para alcanzar el equilibrio.

5 El procedimiento puede llevarse a cabo a temperatura ambiente, y también a otras temperaturas, determinándose éstas en función de las cantidades de fase sólida y líquida susceptibles de separación y de los puntos de fusión de los diversos componentes. La gravedad específica del medio acuoso es con preferencia sensiblemente igual al término medio de gravedades específicas de los componentes orgánicos líquidos y sólidos. Con amoníaco acuoso esto depende de la concentración que haya de ajustarse para cada tipo de mezcla a tratar.

10 Cuando se tratan mezclas de triglicéridos a 20°C, la gravedad específica de la parte líquida no es por lo general inferior y la mayoría de las veces superior a 0,85 y la de la parte sólida generalmente no superior y casi siempre inferior a 0,99, y entonces se determina de tal modo la concentración de la solución amoniacal que su gravedad específica esté entre estos valores. Por ejemplo, una concentración de amoníaco de un 15% corresponde a la gravedad específica de 0,938 a una temperatura de 20°C, y una concentración de un 20% corresponde a la gravedad específica de 0,920 a la misma temperatura. Ambas concentraciones resultan muy adecuadas para el tratamiento de estas mezclas de triglicéridos. Así pues las soluciones amoniacales resultan por lo general apropiadas con concentraciones que varían de un 10 a un 30% para mezclas de triglicéridos aproximadamente a temperatura ambiente. Por supuesto a otras temperaturas es preciso efectuar correcciones al respecto que dependen de la gravedad específica. La cantidad de medio acuoso con relación a la mezcla a tratar puede variar sensiblemente. La cantidad mínima de medio acuoso debe determinarse de modo que se efectúe realmente la separación de capa grasa líquida y la dispersión de cristales sólidos, lo cual puede lograrse con una cantidad de un 30%



de medio acuoso calculado en peso de la mezcla de materiales grasos. Por razones prácticas, el máximo de medio acuoso se restringe a una cantidad no superior a 7 veces en peso la cantidad de mezcla presente. Se han obtenido buenos resultados cuando la proporción de la solución amoniacal con respecto a la de la mezcla susceptible de tratamiento se halla comprendida en los límites de 0,5:1 a 5:1, calculada en peso.

Con preferencia se añade la mezcla grasa al medio acuoso a fin de formar una dispersión de material graso sólido y líquido en el medio acuoso. No obstante, en algunos casos puede escogerse una cantidad de medio acuoso inferior a 0,5:1, en cuyo caso se añade éste a la mezcla grasa para formar una dispersión de cristales humectados en aceite. La separación entre las capas no es entonces por lo general tan definida como en el caso en que se hallan presentes mayores cantidades de agua. Asimismo cuando ha de separarse una cantidad relativamente elevada de fase sólida, la mezcla puede ser demasiado viscosa para efectuar una separación satisfactoria.

En general, por consiguiente, se lleva a cabo el tratamiento formando inicialmente una dispersión de los cristales (y el medio graso líquido) en la fase acuosa.

El procedimiento es aplicable tanto a mezclas crudas como refinadas de triglicéridos u otras sustancias grasas.

Al iniciar el procedimiento con mezclas crudas de triglicéridos se formará en principio jabón amónico. Esto es conveniente por cuanto el jabón formado actúa como agente humectante y facilita la extracción del material líquido de los cristales sólidos, ya que reduciendo la actividad de superficie entre las fases oleaginosas y acuosas los cristales son con preferencia humectados. Si se tratan sustancias muy puras, puede



resultar necesario añadir una pequeña cantidad de ácido graso a la mezcla que permita la formación de jabón o bien añadir una pequeña cantidad de jabón u otro agente humectante a la solución acuosa, o a la mezcla.

5 El método del invento es asimismo aplicable a sistemas que contengan dos fases sólidas distintas, siempre que estas fases no formen cristales mezclados.

Es por otra parte evidente que no puede tratarse ninguna mezcla que conduzca a interacción química con la solución amoniacal o uno de cuyos componentes sea soluble en agua. El método es muy efectivo para materiales grasos, tales como grasas, aceites, ésteres de ácidos grasos y alcoholes grasos, en especial los que se encuentran en el aceite de esperma, así como para mezclas respectivas, si bien pueden también obtenerse buenos resultados con materiales tales como mezclas de hidrocarburos u otras sustancias grasas como aminas grasas. Pueden añadirse sales solubles en agua a la solución amoniacal, si se desea, para mejorar la formación de tres capas claramente separadas. La cantidad de sales que han de añadirse puede variar entre 0,1 - 5%, en peso, o incluso un mayor porcentaje, en especial sulfato amónico que da buenos resultados.

15 El procedimiento puede llevarse a cabo a presión, hasta de 5 atmósferas por ejemplo, lo cual resulta útil cuando la separación ha de realizarse a temperaturas relativamente elevadas, que producen la evaporación de la solución amoniacal, o cuando deban usarse soluciones amoniacales altamente concentradas.

25 El proceso de enfriamiento puede ajustarse a fin de obtener el tipo exacto de cristales deseado. Efectuando un enfriamiento lento y gradual, los cristales tienen la oportunidad de desarrollarse. Tal procedimiento puede ser ventajoso en caso de



que la separación se efectúe por decantación solamente o por una combinación de decantación y centrifugado.

Para centrifugar es con frecuencia conveniente tener presentes cristales de un tamaño relativamente pequeño (por ejemplo para reducir al mínimo la inclusión de aceite) y entonces puede efectuarse la fase de enfriamiento en un tiempo muy corto usando unidades de enfriamiento ordinarias en la fabricación de margarina (trocaidores térmicos tubulares cerrados de raspado superficial del tipo Votator).

Ejemplo 1

Se enfrió lentamente aceite crudo de palma desde la condición líquida a 20° C durante 24 horas hasta que cristalizaron los componentes de elevada fusión y se estableció el equilibrio. A 1 Kg de esta suspensión grasa se añadieron 4 Kg de una solución amoniacal acuosa con una concentración de un 15% cuya gravedad específica a 20° C era 0,938, con agitación, hasta obtener una suspensión homogénea. La separación tuvo lugar en una centrifuga de cilindro rebosante a 2300 r.p.m. La fracción oleínica fué obtenida por centrifugación del líquido rebosante, que consiste de la capa de aceite líquido y la solución amoniacal. Los demas cristales fueron obtenidos como fracción estearínica. Ambas fracciones fueron lavadas con agua.

Las constantes físicas fueron:

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleína</u>	<u>Estearina</u>
Valor ácido	9,9	9,1	10,9
Valor yodo	54,3	60,6	36,9
Punto fusión (° C)	34,5	9,5	49,0
Dilataciones: D <sub>15</sub>	590	30	1410
D <sub>20</sub>	445	10	1320
D <sub>25</sub>	320	0	1125
D <sub>35</sub>	130		675
D <sub>45</sub>	10		420
D <sub>55</sub>			10



La proporción entre oleina y estearina fue de 70 : 30. La oleina tuvo una gravedad específica a 20°C de 0,912, y la estearina de 0,943.

Las dilataciones fueron determinadas como se describe por ejemplo en la memoria de patente británica No. 827.172.

5

Ejemplo 2

Se repitió el procedimiento según el Ejemplo 1 usando aceite de coco crudo. El periodo de enfriamiento fue de 20 h.

Las constantes físicas fueron:

10

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
Valor ácido	13,7	10,2	20,8
Valor yodo	9,2	10,0	5,5
Punto fusión (°C)	23,5	22,0	27,0
Dilataciones: D <sub>15</sub>	975	790	1370
D <sub>20</sub>	540	335	1105
D <sub>25</sub>	0	0	550
D <sub>30</sub>	-	-	5
D <sub>35</sub>	-	-	0

15

La proporción entre oleina y estearina fue de 78 : 22.

Ejemplo 3

Fue repetido el procedimiento según el Ejemplo 1 usando aceite de semilla de palma crudo como material de partida. El tiempo de cristalización fue de 20 h. Las constantes físicas fueron:

20

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
Valor ácido	8,8	12,2	5,8
Valor yodo	17,5	20,5	15,4
Punto fusión (°C)	28,0	24,5	28,5
Dilataciones: D <sub>15</sub>	1055	870	1270
D <sub>20</sub>	865	595	1070
D <sub>25</sub>	450	120	650
D <sub>30</sub>	15	5	60
D <sub>35</sub>	5	0	0

25

La proporción entre oleina y estearina fue de 40 : 60.

30

**POOR QUALITY**

15 NOV.



Ejemplo 4

Se hizo cristalizar rápidamente aceite crudo de palma en un trocador térmico tubular cerrado de raspado superficial del tipo unidad-A Votator en 20 segundos desde la condición líquida a una temperatura de 20°C. Tras un periodo de reposo de 15 minutos para obtener el equilibrio, fue mezclado 1 kg de masa cristalina con 4 kg de una solución acuosa de amoníaco con una concentración de un 15%. La separación tuvo lugar en una centrifuga desbordante a 2300 r.p.m., las fracciones fueron recogidas según se describe en el Ejemplo 1 y lavadas con agua y secadas. Las constantes físicas fueron:

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
Valor ácido	10,0	9,6	12,8
Valor yodo	54,8	61,3	39,7
Punto fusión (°C)	35,5	13,0	46,5
Dilataciones: D <sub>15</sub>	570	65	1255
D <sub>20</sub>	445	40	1130
D <sub>25</sub>	310	5	935
D <sub>30</sub>	195	0	685
D <sub>35</sub>	45		480
D <sub>40</sub>	10		360
D <sub>45</sub>	5		270
D <sub>50</sub>	0		20

La proporción entre oleina y estearina fue de 65 : 35.

Ejemplo 5

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 4 usando aceite de coco crudo. Los resultados fueron los siguientes:

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
Valor ácido	13,8	16,2	12,6
Valor yodo	9,4	11,4	7,6
Punto fusión (°C)	23,5	19,5	25,0
Dilatación: D <sub>15</sub>	1020	575	1210
D <sub>20</sub>	580	55	855
D <sub>25</sub>	0	15	260
D <sub>30</sub>		10	10



15

La proporción entre oleina y estearina fue de 38 : 62.

Ejemplo 6

Se llevó a cabo el mismo experimento descrito en el Ejemplo 1 con aceite de palma refinado usando una solución amoniacal acuosa al 20% con una gravedad específica de 0,920. Se añadieron al aceite ácidos grasos de aceite de palma al 1%. Las constantes físicas de las fracciones obtenidas fueron las siguientes:

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
10	Valor ácido	0,1	2,0
	Valor yodo	52,1	46,0
	Punto fusión (°C)	346	40
	Dilataciones: D <sub>15</sub>	535	1050
	D <sub>25</sub>	240	620
	D <sub>35</sub>	65	265
	D <sub>45</sub>	0	20
	D <sub>55</sub>		0

15 La proporción entre oleina y estearina fue de 40 : 60.

Ejemplo 7

Fue cristalizada una mezcla de partes iguales de oleil oleato y ésteres de ácidos grasos de coco y alcoholes grasos de coco a 20° C durante 18 horas, tras de lo cual se añadió una solución amoniacal acuosa de una concentración de un 35% (gravedad específica a 20° C 0,88) en una proporción de 1 g de éster a 2,8 cm<sup>3</sup> de solución amoniacal. El centrifugado tuvo lugar en una centrifuga de cilindro rebosante a 20°C y 3000 r.p.m. durante 10 minutos. Los resultados fueron los que se citan en la siguiente tabla:

	<u>Mezcla éster original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
25	Punto fusión (°C)	23,3	36,7
	Valor yodo	48,8	15,8
	Dilataciones: D <sub>15</sub>	655	2560
	D <sub>25</sub>	30	2165
	D <sub>35</sub>	0	885
	D <sub>45</sub>		50
30	D <sub>55</sub>		30



El invento ha sido descrito con particular referencia al uso de soluciones acuosas de amoniaco como medios acuosos. Se ha comprobado que el amoniaco es particularmente conveniente para el fraccionamiento de materiales grasos (que no sean ácidos grasos) por el método del invento. Este no obstante incluye el uso de otros medios acuosos de la necesaria gravedad especifica, sin efecto disolvente notable sobre los materiales tratados. Tales medios comprenden soluciones de alcoholes solubles en agua y cetonas de suficiente concentración para producir una gravedad especifica dentro de los límites requeridos, si bien insuficiente para ejercer una acción disolvente sobre el material orgánico tratado.

El siguiente ejemplo ilustra el uso de alcohol acuoso en el fraccionamiento de grasas.

Ejemplo 8

Se enfriaron lentamente 72kg de aceite de palma refinado a 20°C durante 18 horas y se mezclaron después con etanol acuoso de una concentración de un 48% cuya gravedad especifica a una temperatura de 20°C era de 0,920. El etanol acuoso contenía también aductor de 2,8% nonilfenol/10 etilenóxido. La proporción de mezcla fue de 1 g de grasa a 1 cm<sup>3</sup> de alcohol. Las fracciones fueron separadas y tratadas según se describe en el Ejemplo 1. Las constantes físicas fueron las siguientes:

	<u>Aceite original</u>	<u>Oleina</u>	<u>Estearina</u>
Valor ácido	0,1	0,2	0,3
Valor yodo	52,1	55,8	44,1
Dilataciones: D <sub>15</sub>	535	275	1130
D <sub>25</sub>	240	20	765
D <sub>35</sub>	65	0	410
D <sub>45</sub>	0		80

La proporción entre oleina y estearina fue de 62 : 38.

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

**POOR  
QUALITY**



REIVINDICACIONES

5  
10

1. Procedimiento para fraccionar mezclas de sustancias orgánicas, especialmente sustancias grasas, estando presente al menos una fracción sólida a la temperatura de separación, en fracciones con gravedades específicas diferentes, en el cual se hace una dispersión de la mezcla orgánica y un medio acuoso cuyo medio de gravedad específica a la temperatura de separación no es mayor que la de la fase sólida susceptible de separación y no menor que la de la fase líquida orgánica, después de que las fracciones líquidas y sólidas están separadas en virtud de sus gravedades específicas diferentes.

15

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el medio acuoso está compuesto por soluciones de compuestos solubles en agua de la necesaria gravedad específica sin notable efecto disolvente sobre los materiales tratados.

20

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, en el cual se tratan sustancias grasas tales como grasas, aceites grasos, ésteres de ácidos grasos y alcoholes grasos, especialmente los que se encuentran en el aceite de esperma, así como mezclas respectivas.

25

4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el cual el medio acuoso está compuesto por una solución amoniacal de tal concentración que su gravedad específica es intermedia entre la fase grasa líquida y la fase grasa sólida que han de separarse.

30

5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el cual se tratan mezclas de triglicéridos con una solución amoniacal acuosa de tal concentración que su gravedad específica es no mayor de 0,99 y no menor de 0,85.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el cual la gravedad específica de la solución amoniacal es no mayor de 0,97



y no menor de 0,90.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 5 y 6, en el cual se usan soluciones amoniacales con concentraciones que varían de un 10 a un 30% a una temperatura de 20° C.

5 8. Procedimiento según las reivindicaciones 4, 5, 6 o 7 en el cual se añaden sales solubles en agua a la solución amoniacal en cantidades que varían entre 0,1 - 5% en peso.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el cual se usa sulfato amónico.

10 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual se añade la mezcla orgánica al medio acuoso para formar una dispersión de material orgánico sólido y líquido en el medio acuoso.

15 11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, en el cual se añade el medio acuoso a la mezcla orgánica en tales pequeñas cantidades que se forme una dispersión de cristales humectados en el material orgánico líquido.

20 12. Procedimiento según las reivindicaciones 10 y 11, en el cual la proporción entre el medio acuoso usado y la de la mezcla que ha de tratarse se halla comprendida en los límites de 0,5 : 1 a 5 : 1 calculada en peso.

25 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual cuando se tratan mezclas puras de material orgánico se halla presente una pequeña cantidad de un agente humectante durante el proceso.

14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el cual se trata una mezcla de triglicéridos y se añade una pequeña cantidad de ácido graso a la mezcla para permitir la formación de jabón in situ.

30 15. Se reivindica por último, como objeto sobre el que



ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO PARA FRACCIONAR MEZCLAS DE SUSTANCIAS ORGANICAS".

Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria que consta de quince páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 9 de Noviembre de 1.967

BERNARDO UNGRIA  
P.P.

10

15

20

25

30