



C07C 67/02, C11C 3/10, B01F 23/04, C01D 1/40
No. 356.091

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1 - ROTTERDAM - Holanda

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO PARA LA INTERESTERIFICACION CATALITICA DE UNA MEZCLA DE ESTERES EN PRESENCIA DE UNA DISPERSION DE METAL ALCALINO".

Prioridad: Patente luxemburguesa n.º 54.108 del 14-7-67



1 Esta invención se refiere a procedimientos
para la interesterificación de ésteres, particularmente
de aceites glicéridos comestibles, en presencia de disper-
siones de metales alcalinos.

5 En general, la interesterificación catalítica
de los ésteres, particularmente de los aceites glicéridos,
puede llevarse a cabo por medio de diversos reactivos cata-
líticos, con inclusión de los hidróxidos de metal alcalino
y los alcoholatos, si bien no se ha comprendido aún bien
10 cual es la naturaleza del catalizador activo en la reacción.

 Bajo las condiciones usuales de la reacción
de interesterificación, los reactivos catalíticos mencio-
nados poseen cierto número de inconvenientes.

15 Los alcoholatos, tales como el metilato só-
dico y el etilato sódico, conducen a la formación de éste-
res de metilo y de etilo, lo que da como resultado un au-
mento en las pérdidas de producto. Además, estos ésteres de
metilo y de etilo no pueden, por regla general, extraerse
completamente durante los procesos de desodorización ordi-
narios subsiguientes. Los hidróxidos, tales como el hidró-
xido sódico, se introducen generalmente en forma de una so-
lución acuosa, pero a temperaturas de reacción usuales, es-
to da como resultado pérdidas considerables a través de la
saponificación de los ésteres.

25 Según la presente invención se lleva a cabo
la interesterificación catalítica de una mezcla de ésteres
en presencia de dispersiones de metal alcalino mediante ex-
trusión del metal a través de un orificio del que emerge di-
rectamente en un líquido-dispersión mantenido a una tempera-
30 tura superior al punto de fusión del metal alcalino y dis-



1 tribuyendo el metal fundido por todo el líquido.

5 Cuando han de proporcionarse metales alcalinos dentro de líquidos, existen en principio dos posibilidades para aportarlos para extrusión, a saber: dosificación o proporción indirecta, y directa.

10 Con la dosificación indirecta, se hace uso de una cámara que se llena por entero de metal alcalino y que va provista de una tapa cerrada que presenta una abertura de entrada para el líquido en la parte superior y una válvula a presión de muelle en el fondo. Se desplaza el metal alcalino a continuación, desde la cámara, mediante la

15 válvula a presión de muelle, dosificando un líquido inerte de una densidad inferior a la del metal alcalino, como por ejemplo, aceite mineral, por dicha abertura de entrada de líquido en una cantidad que es equivalente a la cantidad de metal alcalino que ha de desplazarse a través de dicha

20 válvula. Cuando han de dosificarse cantidades pequeñas de metal alcalino de hasta 10 kg/hora, la apertura de la válvula, a una sobrepresión deseada de varias atmósferas habrá de ser muy pequeña, y se ha observado, como resultado de muchos experimentos que pequeñas cantidades de óxidos u otras impurezas impedirán seriamente la exactitud de la dosificación. Además, debido al atasco que se produce por la fricción estática y las pulsaciones, incalculables, en la dosificación del aceite mineral, que puede incluso llevar a la

25 resonancia de todo el sistema de dosificación, se han observado desviaciones standard en la proporción de metal alcalino proporcionado, por unidad de tiempo, de un 24 a un

30 65%. En el procedimiento objeto del presente invento, por consiguiente, se aportan los metales alcalinos, de prefe-



1 rencia, por desplazamiento directo mediante una fuente de
presión mecánica accionada, por ejemplo un pistón.

5 Si se extrusiona el metal alcalino en el líquido disperso, en estado fundido, su muy alta tensión de
superficie hace que se contraiga y presente en su interfase
se con el líquido un menisco muy convexo. En consecuencia,
el líquido-dispersión, probablemente debido a la acción
capilar, entra en el tubo y puede así afectar perjudicial-
mente a la exactitud en la dosificación del metal alcali-
no.

10 Conforme a un método preferente de la presente
invención, se extrusiona, por consiguiente, el metal al-
calino en el líquido de dispersión en estado sólido, para
aportar una hermeticidad entre líquido y suministro de me-
tal alcalino, tras de lo cual se dispersa el metal alcalino
en el líquido, de preferencia mediante fuerzas de cizalla-
miento, en estado fundido.

15 Debido a la presencia de metal alcalino sólido en su interfase con el líquido, se forma un bloqueo
natural entre el líquido y la unidad de extrusión, con lo
que no puede penetrar líquido en el tubo de proporción por
el que se suministra el metal alcalino. En el tubo de pro-
porción, puede suministrarse el metal alcalino en estado
líquido, pero de preferencia, por desplazamiento directo en
estado sólido por medio de un pistón, que ajuste exactamen-
te en el tubo de proporción, o, en caso de abastecimiento
en estado líquido, mediante una bomba electromagnética o
rotativa y en especial una bomba de engranajes.

20
25
30 Cuando se transportan metales alcalinos lí-
quidos mediante una bomba rotativa, es importante escoger



2 9 SEP 1962

1 la clase de material de empaquetadura que no reaccione con
el metal alcalino, o utilizar una bomba giratoria de engrana-
25 jeres provista de cierres metálicos.

Independientemente de la forma en que se su-
5 ministre el metal alcalino al tubo de dosificación o propor-
ción, es esencial, conforme a la característica preferida
de la invención, que en el lugar en que el tubo entra en el
líquido-dispersión, el metal alcalino, se halle en estado
sólido. Cuando se suministra el metal alcalino en estado
10 líquido, ha de enfriarse, pues, por lo menos en el lugar
por donde se descarga en el líquido, a una temperatura in-
ferior a su punto de fusión, a la presión existente. Cuando
se aporta el metal alcalino en estado sólido al tubo, este
ha de estar aislado termicamente, en grado suficiente, o
15 ha de aportarse un enfriamiento similar, para mantener asi-
mismo el metal alcalino en estado sólido donde entra en con-
tacto, en primer lugar, con el líquido de dispersión.

Ha de extrusionarse el metal alcalino en el
líquido de dispersión por uno o más orificios del tubo de
20 dosificación.

De preferencia, la espiga sólida de metal
alcalino extrusionada dentro del tubo no se extenderá recta
a lo largo de éste. La elección del número y diámetro de
los orificios en el tubo de dosificación, se determinará,
25 por consiguiente, con referencia al diámetro del tubo en el
que se dosifique el metal alcalino, así como a la velocidad
de flujo del líquido en su interior, ya que el metal alca-
lino se dispersa más fácilmente por orificios de pequeño
diámetro que por orificios anchos.

30 Cuando se suministra el metal alcalino en es



1 tado sólido, puede llenarse previamente el tubo fundiendo
metal alcalino sólido en él, y después, antes de la extru-
sión, enfriar el tubo a una temperatura por debajo del pun-
to de fusión del metal alcalino.

5 Al llevarse a cabo un proceso continuo, to-
talmente, mediante el método de la presente invención, se
prefiere, por consiguiente utilizar alternativamente dos o
más tubos de distribución, introduciéndose el metal alcali-
no continuamente en el líquido de dispersión desde uno o
10 más tubos, mientras que el tubo o tubos restantes se llenan
o se enfrian.

Aún cuando la existencia de metal alcalino
sólido en el tubo de distribución, en el lugar en que pri-
mero entra en contacto con el líquido impide la fuga de to-
15 do tipo de líquido de dispersión hacia el suministro de me-
tal alcalino, la invención se muestra particularmente venta-
josa cuando han de prepararse dispersiones de metal alcali-
no en mezclas de éster destinadas a reacciones de intereste-
rificación, ya que el cierre o bloqueo natural del metal
20 alcalino sólido impide también la formación de productos de
reacción indeseables en el tubo, por la cual disminuiría el
diámetro interno efectivo de dicho tubo, como resultado de
lo cual resultaría afectada la exactitud de la dosificación.

25 El procedimiento objeto de esta invención
puede aplicarse ventajosamente a la reacción de intereste-
rificación entre una mezcla de ésteres o una mezcla de és-
teres y uno o más alcoholes. Pueden hacerse derivar ésteres
apropiados de alcoholes superiores tales como el glicerol,
glicoles tales como el etilenoglicol, polialquilenos de
30 glicol y propileno-glicol, celulosa, sorbitol, manitol,



1
5
10
15
20
25
30

pentaeritritol y alcohol de polivinilo o alcoholes monovalentes tales como metand, etanol, propanol o butanol.

Los radicales ácidos pueden ser de ácidos carboxílicos con inclusión tanto de ácidos grasos saturados como no saturados, con 2 a 26 átomos de carbono.

Utilizando el procedimiento de la presente invención es posible interesterificar aceites comestibles sin saponificar cantidades apreciables de glicéridos, con lo que se obtienen productos interesterificados que están prácticamente exentos de productos derivados.

Por "aceites", se desea significar dentro de este invento, tanto los glicéridos de ácidos grasos que son sólidos a la temperatura ambiente, usualmente denominados grasa, como los glicéridos que son líquidos a la temperatura ambiente.

De preferencia, se añade el metal alcalino a la mezcla que se trata de interesterificar en una cantidad igual o superior a la consumida por los venenos catalíticos, de modo que los venenos catálícos de la mezcla a interesterificar queden compensados por una cantidad equivalente de metal alcalino, expresada en equivalentes gramo. Hay muchas sustancias que pueden ser venenos catalíticos, por ejemplo el agua, los ácidos grasos y los peróxidos, pero la propiedad que poseen en común es su tendencia a combinarse con un metal alcalino en una sustancia que es catalíticamente inerte o solo muy ligeramente activa bajo las condiciones de reacción. Como resultado de numerosos experimentos, se ha hallado que en la interesterificación de los aceites comestibles, el agua no debe considerarse como un veneno catalítico si se encuentra presente en cantidades in-

29 SEP



1 inferiores a 0,01 %. Por otra parte, los jabones de metal alcalinos han de considerarse como catalíticamente inertes a una temperatura de reacción de menos de 180°C.

5 Antes de pasar al reactor, ha de someterse la mezcla de aceites y de metales alcalinos a vigorosos esfuerzos de cizallamiento, para obtener una microdispersión del reactivo catalítico en el aceite. Se ha observado que cuando los metales alcalinos se dispersan así, vigorosamente, de modo tal que a la temperatura de reacción queden completamente disueltos dentro de 1 minuto, y, de preferencia dentro de 20 segundos, puede llevarse a efecto la reacción con cantidades óptimas de reactivos catalíticos. Un aparato de dispersión particularmente apropiado es un molino coloidal conocido como reactrón Willems, descrito, entre 10 otras, en la memoria descriptiva de la Patente alemana nº 1.152.003.

15 La reacción de interesterificación puede desarrollarse, por ejemplo, en una cascada de cámaras agitadas, pero, de preferencia, se lleva a cabo en un reactor tubular.

20 Según sean la concentración catalítica, la temperatura de reacción y la naturaleza de la mezcla a tratar, puede completarse la interesterificación en 1 a 10 minutos. Tras de abandonar el reactor, el producto reaccional se libera de todo el hidrógeno que pueda haberse formado y después se libera de los jabones y constituyentes del 25 catalizador por medio de una agitación vigorosa con un 5 a un 30% en peso de agua, tras de lo cual se separa la fase acuosa del producto reaccional.

30 Pueden prepararse completa o parcialmente



2.9

1 los productos interesterificados mediante regulación del
tiempo de permanencia y de la cantidad de catalizador acti-
vo empleado.

5 El grado de interesterificación de una mez-
cla de aceites comestibles puede medirse, por ejemplo, por me-
dio de medidas de dilatación, Por ejemplo, para una mezcla
de aceite de palma y de aceite de coco, la dilatación a
20°C, que se representará por D_{20} , es una medida apropiada
de determinar el grado de interesterificación, La dilata-
10 ción se determina según descrito en "Analysis and the cha-
racterization of oils, fats and fat products", H.A. Boeke-
noogen, 1964, Interscience Publishers, Londres, páginas
143 y sig.

15 La interesterificación puede efectuarse a
cualquier temperatura a la cual se forme el catalizador in
situ con suficiente actividad, de 100 a 275°C. La tempera-
tura seleccionada dependerá de la naturaleza del cataliza-
dor y de las propiedades de la mezcla que se trata de este-
rificar, pero será superior al punto de fusión del metal
20 alcalino.

Se han obtenido buenos resultados utilizando
sodio a temperaturas de 100 a 140°C, de preferencia a 115 -
135°C.

25 En la interesterificación de aceites glicé-
ridos, los ésteres que se tratan habrán sido sometidos, con-
forme a la invención, preferentemente, a la extracción de
por lo menos la mayor parte de los venenos catalíticos, pre-
viamente, ya que la cantidad de metal alcalino requerida pa-
ra la interesterificación depende en gran medida de la can-
30 tidad de venenos catalíticos presentes en el aceite. Por



1 otra parte, el efecto de utilizar mayores cantidades de me-
tal alcalino para compensar la presencia de cantidades im-
portantes de venenos catalíticos presentes lleva a la for-
mación excesiva de jabón, lo que puede dar como resultado
5 una viscosidad inaceptablemente alta de la mezcla aceite/ja-
bón, bloqueo de los filtros con gel de jabón, formación de
jabón en la pared interna del reactor y una reducción consi-
derable de la velocidad de la reacción. Así, cuando se in-
teresterifica una mezcla de aceites crudos que posee, por
10 ejemplo, un valor de acidez de 2 - 5 y una cantidad de agua
superior a 0,05 %, se necesita por lo menos 0,3 % en peso
de sodio, lo que conduce a dichos resultados indeseables.
Como quiera que el agua y los ácidos libres son los princi-
pales venenos catalíticos, se prefiere por consiguiente neu-
15 tralizar cuidadosamente la mezcla que se trata de intereste-
rificar y reducir el contenido de agua a un nivel inferior
a 0,05 % y de preferencia inferior a 0,03 %.

Si bien la fase de secado puede efectuarse
de diversas maneras, cuando se lleva a efecto un proceso de
20 desacidificación mediante destilación, como es usual en la
industria de los aceites comestibles, no es necesaria, por
regla general, una desecación suplementaria, dentro de los
fines del presente invento. El secado puede también efectuar-
se tratando la mezcla a una temperatura elevada con un gas
25 inerte seco. Sin embargo, resulta preferible efectuarlo
mediante un aparato que mantiene a una presión reducida de,
por ejemplo, 10 a 50 mm. de mercurio, y a una temperatura
elevada, de por ejemplo 100 a 140°C, la mezcla calentada
de ésteres, que se atomiza en la parte superior de una cá-
30 mara del aparato donde se mantiene un vacío para efectuar



1 la rápida evaporación de la mayor parte del agua presente.
Puede llevarse a cabo la operación, si se desea, en dos o
mas fases. Se ha comprobado que se logran buenos resultados
mediante un aparato secador al vacío, de doble fase, que
5 trabaja a una presión de 45 y 10 mm. de mercurio respecti-
vamente, para una temperatura de entrada del aceite de 125
a 140°C.

La temperatura del medio que se trata de ato-
mizar y las condiciones de vacío se determinan de modo que
10 el producto a interesterificar alcance el contenido de hu-
medad necesario, por debajo de 0,05 % en peso.

Los aceites que se someten a interesterifi-
cación se desacidifican de preferencia hasta un valor de
acidez inferior a 0,3. Por "valor de acidez" debe entender-
15 se el número de miligramos de hidróxido potásico que son
precisos para neutralizar 1 gramo de la mezcla que se tra-
ta de interesterificar. El valor de acidez se determina por
medio del procedimiento descrito por H.A. Boekenooogen, "Ana-
lysis and characterization of oils, fats and fat products",
20 Volumen I, 1964, Interscience Publishers, Londres, págs.
23-24. Como quiera que esta determinación se lleva a efecto
a la temperatura ambiente en un corto espacio de tiempo, no
se saponifican los ésteres, con lo que se obtiene un valor
de acidez de 0 en ausencia de ácidos libres. La mezcla que
25 se trata de interesterificar puede desacidificarse utilizan-
do un procedimiento de desacidificación por destilación in-
vacuo, pero también puede efectuarse esto por contacto di-
recto con una solución alcalina, mediante la cual se forman
jabones que pueden separarse mediante la diferencia en la
30 gravedad específica entre el aceite y el jabón. Esta desa-



1 cidificación alcalina puede llevarse a efecto por medio de
una solución de hidróxido sódico de 0,2 a 8N.

5 La desacidificación puede efectuarse conti-
nuamente en aparatos centrífugos que aseguren un breve pe-
riodo de contacto entre el aceite y la solución alcalina.
Además, puede efectuarse también la desacidificación conti-
nua mediante mezcla del producto rápidamente con la solu-
ción alcalina, y lavado posterior de la mezcla en una co-
luna empacuetada. Sin embargo, es preferible realizar la
10 desacidificación haciendo pasar el aceite a desacidificar,
en el sentido de la corriente, o a contracorriente, por una
columna empacuetada llena de la solución alcalina, si es
necesario a una presión elevada y a una temperatura de 80
a 160°C, mientras que el aceite constituirá la fase disper-
15 sada. Estos procedimientos de desacidificación se descri-
ben en las memorias descriptivas de patentes holandesas
núms. 6503471 y 6603470.

20 Describiremos a continuación los procedimien-
tos conforme a la invención, con referencia a los planos
adjuntos, en los cuales:

25 la fig. 1 ilustra un procedimiento para preparar dispersio-
nes de un metal alcalino, en las que el metal
alcalino se suministra en estado líquido y
se solidifica antes de que entre el líquido
en contacto con él;

 la fig. 2 representa un dispositivo proporcionador o dosi-
ficador del metal alcalino, en el que se su-
ministra el metal alcalino en estado sólido;

30 la fig. 3 es un esquema de dirección de corriente correspon-
diente a una planta de interesterificación



29 SEP 1969

1 en continuo, a la que se ha aplicado el método de la presente invención.

5 En la fig. 1, se ha representado un tanque de almacenamiento para metal alcalino líquido 1, provista de una camisa externa de calentamiento 2. El contenido de la cámara se calienta por encima del punto de fusión del metal alcalino por medio de un medio de transferencia de calor que se alimenta por la entrada 3 y se extrae por la salida 4. Sobre el metal alcalino líquido 5 se halla presente una capa de aceite de parafina 6, que impide la oxidación del metal alcalino líquido.

10 Mediante una bomba rotativa de engranajes 9, se suministra el metal alcalino a través de la válvula 8 y del tubo 7 al tubo dosificador 12.

15 Se ajusta la velocidad de flujo del metal alcalino líquido por medio del variador 10 que va conectado tanto al electromotor 11 como a la bomba de engranajes 9.

20 El tubo dosificador 12 está provisto de un trocador térmico 13, por el que se hace pasar tal cantidad de medio enfriador y a una temperatura tal, desde la entrada 14 hasta la salida 15, que el metal alcalino que se encuentra en la parte del tubo dosificador que atraviesa el trocador térmico 13, se solidifica.

25 Por el orificio situado en el extremo del tubo dosificador, entra el metal alcalino en el tubo 16, a cuyo través, se bombea el líquido de dispersión precalentado, desde el tanque de almacenamiento 17 provisto de medios de caldeo (no representados) a través de la válvula 18 por medio de la bomba 19.

30

29



1 La mezcla de metal alcalino y de líquido de
dispersión mantenida a temperaturas situadas por encima del
punto de fusión del metal alcalino se transfiere a continua
ción a través de un molino de coloides 20, donde el metal
5 alcalino se distribuye en el líquido de dispersión. La dis-
persión obtenida puede pasarse desde el tubo 16 a las cáma-
ras o puede transferirse continuamente a un sistema en el
que se precise.

10 En lugar de suministrarse el metal alcalino
en estado líquido mediante una bomba rotativa como se ha
representado en la fig. 1, puede suministrarse en estado
sólido por medio de un aparato tal como el que se ha repre-
sentado en la fig. 2.

15 El tubo cilíndrico dosificador 21 se encuen-
tra unido en 29 por unos pernos no representados y un ani-
llo de empaquetadura o cierre hermético 28, a la cabeza de
cilindro 22. El tubo dosificador 21 está provisto de un
pistón 23 accionado hidráulica o mecánicamente.

20 No se ha representado el mecanismo operati-
vo.

25 La cabeza de cilindro 22 que representa una
parte del tubo dosificador 21 está provista de un orificio
25 por el que puede extrusionarse el metal alcalino sólido
del interior del tubo en 24, mediante el pistón 23, al lí-
quido que fluye por el tubo 26. El tubo 26 está provisto
del mismo equipo, como, por ejemplo, la bomba y el molino
de coloides, tal como se ha representado en la fig. 1 por
lo que se refiere al tubo 16.

30 La cabeza de cilindro 22 está asimismo pro-
vista de una camisa de enfriamiento 27, para impedir que



1 el metal alcalino que queda dentro del orificio 25 se fun-
da.

5 Describiremos a continuación, con referencia
a la fig. 3, un procedimiento de interesterificación en
continuo, utilizando el método de la presente invención.

Se introduce una mezcla destinada a ser in-
teresterificada, en 31, por medio de una bomba 32 y se con-
duce por medio de un trocador térmico 33, donde se precal-
dea a una temperatura de 125 a 140°C, en un aparato de de-
10 secación al vacío 34, donde se atomiza mediante una cabeza
atomizadora 35. El aparato de desecación al vacío 34 se co-
munica en 36 con una planta de vacío, no representada, que
permite mantener una presión de 10 a 50 mm. de mercurio en
el aparato secador. La mezcla, reducida de este modo a un
15 contenido de humedad inferior a 0,05 % en peso, es conduci-
da por la bomba 37 al reactor 41. Antes de que el producto
destinado a ser interesterificado pase al reactor, se aña-
de la cantidad de metal alcalino necesaria por 38 y se dis-
tribuye este finamente en la mezcla por medio de un molino
20 de coloides 39. Se hace pasar después la mezcla al reactor
tubular 41, provisto de aislamiento térmico y de una bobina
de caldeo 40 que permiten que la temperatura se mantenga
al nivel necesario. El tiempo de permanencia en el reac-
tor puede regularse a un valor de 1 a 10 minutos mediante
ajuste del flujo del líquido. Se mezcla después el produc-
to interesterificado en la mezcladora 43 con 5 -30 % en pe-
so de agua, introducida por 42, para extraer los jabones
formados y los residuos catalíticos por lavado. En el apa-
rato centrifugo 44, los subproductos indeseables son extraí-
dos por 45, mientras que el producto interesterificado se



1 atomiza por medio de la cabeza atomizadora 47 en el aparato
2 secador 46, que se comunica por 48 con una planta de va-
3 cio. El aparato secador 46 puede mantenerse a una presión
4 de 45 mm de mercurio, con lo que el producto interesterifi-
5 cado se desecará hasta un contenido acuoso de 1 a 0,1 % en
6 peso. Se extrae después el producto interesterificado, pu-
7 rificado y desecado, mediante la bomba 49, de la cámara de
8 atomización.

9 Los siguientes ejemplos ilustrarán mejor el
10 procedimiento objeto de la invención.

EJEMPLO 1

11 Se preparan dispersiones de litio, utilizán-
12 dose, entre otros, el aparato representado en la fig. 1.

13 El litio, que presenta un punto de fusión de
14 180°C se calienta primeramente bajo una ligera película de
15 aceite mineral hasta una temperatura de 200°C y se bombea
16 mediante una bomba giratoria de engranajes, de una capaci-
17 dad de 220 gramos/hora, a un tubo de dosificación cuyo ori-
18 ficio descarga directamente en una cámara de graneado.

19 La cámara de graneado está provista de una
20 camisa de caldeo, un rastrillo giratorio para distribuir el
21 litio con altas fuerzas de cizallamiento y medios de entra-
22 da para dosificar continuamente el aceite mineral que se
23 hace pasar a la cámara, así como una abertura de salida pa-
24 ra la dispersión de litio preparada.

25 En el lugar donde el litio entra primero en
26 contacto con el aceite, se enfría el tubo de dosificación
27 hasta una temperatura de 50-150°C.

28 El litio que entra en la cámara de graneado
29 se distribuye en el aceite mineral que presenta una tempe-
30



1 ratura de 210-230°C. Se obtiene un buen producto, con par-
tículas de litio de un tamaño de 15 a 50 micras, cuando se
alimentan el litio y el aceite continuamente en una razón
de peso de 1:3, mientras que las velocidades de flujo tan-
5 to del litio como del aceite mineral se ajustan de modo que
se obtiene un promedio de tiempo de permanencia de 10 mi-
nutos.

EJEMPLO 2

10 Se prepara una dispersión de sodio en xileno
suministrando sodio líquido, de un punto de fusión de apro-
ximadamente 98°C, a un tubo de dosificación, por medio de
la misma bomba giratoria de engranaje que se ha utilizado
en el Ejemplo 1 y que se ha representado en la fig. 1.

15 La cámara de almacenamiento de sodio, la bom-
ba giratoria y la mayor parte del tubo dosificador se man-
tienen a una temperatura de 105-110°C.

El tubo dosificador descarga directa y per-
pendicularmente en un tubo por el que fluye xileno.

20 El extremo del tubo dosificador, justamente
antes del lugar donde el sodio entra primeramente en con-
tacto con el xileno se enfria a una temperatura de 50-80°C.

25 El sodio extrusionado, junto con la corrien-
te de xileno en una proporción de peso de 1:3, y a una tem-
peratura de 105-110°C se hace entrar continuamente en un
molino de coloides donde se distribuye el sodio en el xile-
no.

30 Se enfria el producto que abandona el molino
coloidal hasta la temperatura ambiente, y se envasa en re-
cipientes o se transfiere a un proceso en el que se preci-
sen dispersiones de sodio para fines catalíticos.



EJEMPLO 3

1 Este ejemplo ilustra la interesterificación
de una mezcla de aceite de palma y aceite de coco en una
proporción de peso de 60:40, en una planta tal como la re-
presentada en la fig. 3. Antes de mezclar los aceites, se
5 neutralizaron éstos con una solución acuosa de hidróxido
sódico de una normalidad de 0,8 N, y se desecaron después
pulverizándolos dentro de una cámara de vacío de una pre-
sión de 10 mm. de mercurio a una temperatura de 125°C.

10 A continuación, se mezclaron los aceites.

Las características más destacadas de la mez-
cla de aceites obtenida fueron las siguientes:

contenido de agua:	0,008 %
valor de acidez:	0,13
15 valor de peróxido:	0,8
valor de dilatación a 20°C:	240

Se bombeó la mezcla de aceites a través del
aparato a 390kg/hora y se dosificó sodio en la mezcla de
aceites por medio del aparato que aparece en la fig. 2 a una
20 velocidad de 0,072 kg/hora, es decir, 0,0184 % en peso.

La cantidad de sodio dosificado sobrepasa a
la cantidad equivalente de venenos catalíticos en 0,001 %
basado en la cantidad total de aceite.

25 Se extrusionó el sodio con una extrusionado-
ra provista de un pistón de 40 mm de diámetro a través de un
orificio de un diámetro de 2 mm, con una presión de aproxi-
madamente 150 kg/cm².

La extrusionadora estaba suficientemente ais-
lada para retener todo el sodio en estado sólido.

30 A continuación, se distribuyó el sodio extru-



29 SEP

1 sionado en la mezcla de aceites por medio de un Reactrón
Willems del tipo TDLK 3/55 provisto de rotores de un diá-
metro de 10 cm., situados a una distancia de 2 mm, que gi-
ran a una velocidad de 2910 rpm. Tras un tiempo medio de
5 permanencia de 4 segundos en este tipo de molino de coloides,
no pudieron observarse a simple vista partículas de sodio
dispersadas, lo que probablemente significaba que se habia
obtenido una dispersión tan fina que la superficie del so-
dio habia aumentado en tal grado que el catalizador activo
10 quedaba preparado instantáneamente.

Se hizo pasar de continuo la mezcla obteni-
da a un reactor de tubo.

El tiempo de estancia en el reactor fue de
1,15 minutos. El grado de interesterificación se midió por
15 medio del valor de dilatación a 20°C (D_{20}). El producto que
salió del reactor de tubo tenia un D_{20} de más de 610, lo
que significa que se habia completado la interesterifica-
ción. Se liberó después el producto interesterificado de
los residuos catalíticos por medio de un tratamiento de la-
vado con un 10 % en peso de agua corriente.
20

Se extrajo el jabón formado durante la reac-
ción por medio de una centrífuga y se desecó el producto
interesterificado pulverizándolo en una cámara de vacío.

EJEMPLO 4

25 Para ilustrar el hecho de que el procedimien-
to de la invención puede aplicarse ventajosamente a la in-
teresterificación en continuo de aceites neutralizados, se
prepararon dos mezclas (a y b) de aceite de palma y de acei-
te de coco en la misma proporción de peso que en el Ejemplo
30 3.



1 Ambas mezclas se desecaron bajo las mismas condiciones de proceso que se han descrito en el Ejemplo 3, pero solo se neutralizó la mezcla a).

5 Las características más destacadas de las mezclas de aceites fueron:

	<u>a</u>	<u>b</u>
contenido en agua:	0,01 %	0,01 %
valor de acidez:	0,2	2,0
valor de peróxido:	0,8	0,8
10 valor de dilatación a 20°C:	240	240

Se dosificó el sodio continuamente en cada una de las mezclas de aceites, en estado sólido, por medio de un aparato que se ha representado en la fig. 2 y se distribuyó por medio de un Reactrón Willems.

15 Se hicieron pasar a continuación las mezclas de aceite a un reactor de tubo según representado en la fig. 3. Se llevaron a cabo las reacciones de interesterificación bajo las siguientes condiciones de proceso:

	<u>a</u>	<u>b</u>
20 cantidad de aceite, tons./h.	6	6
sodio %	0,05	0,10
sodio, kg/h.	3	6
diámetro extrusionadora a pistón, en cms.	25	25
25 diámetro orificios de extrusión, en mms.	1,4	1,4
número de orificios de extrusión	5	5
temperatura mezcla aceites °C	120	120

30 El tiempo de permanencia en el reactor de tubo para ambas mezclas de aceites fue de 2 minutos. La mezcla de aceites a) se interesterificó en la planta que apa-

29



1 rece en la fig. 3 sin interrupción durante 5 días.

Debido al alto contenido jabonoso del produc-
to existente en el reactor de tubo, se procedió a detener
la interesterificación de la mezcla b) una vez cada dos días
5 para extraer las impurezas del reactor y de los filtros de
la bomba.

A lo largo de estas operaciones, las mues-
tras tomadas indicaron valores de dilatación de más de 600,
lo que mostraba que los productos estaban plenamente inte-
10 racterizados.

Las mezclas de aceites se purificaron a con-
tinuación según descrito en el Ejemplo 3.

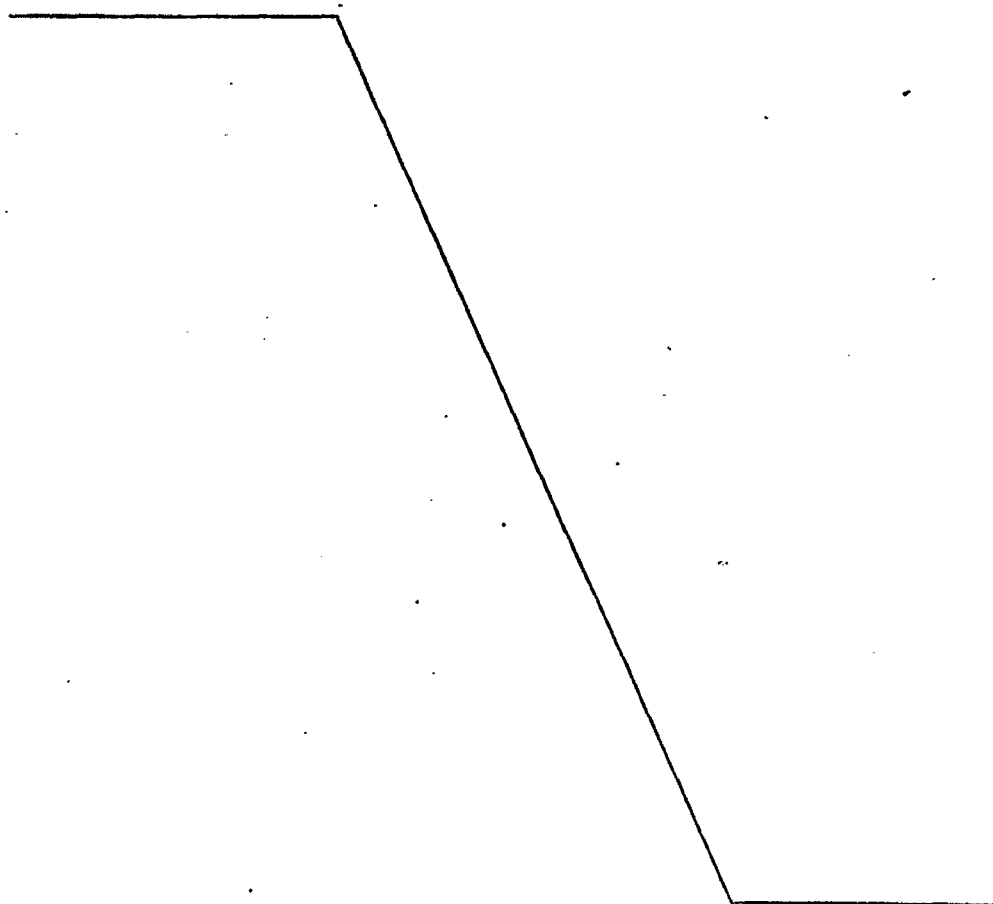
En resumen, la Patente de Invención que se
solicita, deberá recaer sobre las siguientes:

15

20

25

30





29 SEP

- REIVINDICACIONES -

1
5
1. Procedimiento para la interesterificación catalítica de una mezcla de ésteres en presencia de una dispersión de metal alcalino, caracterizado porque se extrusiona el metal por un orificio del que emerge directamente en una mezcla líquida de ester mantenida a una temperatura superior al punto de fusión del metal alcalino, tras lo cual se distribuye el metal fundido por toda la mezcla de éster.

10
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se extrusiona el metal alcalino dentro de la mezcla de éster en estado sólido para proporcionar un bloqueo de separación entre la mezcla líquida de éster y la alimentación de metal alcalino.

15
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el metal alcalino se suministra en estado sólido por desplazamiento directo a partir del metal sólido al que se aplica la presión de un pistón para extrusionar el metal.

20
4. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el suministro de metal alcalino se efectúa por medio de una fuente de metal alcalino líquido alimentado bajo presión por una bomba de engranajes para extrusionar el metal.

25
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, en el que el metal alcalino se distribuye en la mezcla de éster por medio de un molino de coloides.

30
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, en el que la mezcla de éster comprende un aceite glicérico.



29

1 7. Procedimiento según la reivindicación 6,
en el que el metal alcalino se dispersa en una mezcla de
aceites glicéridos, cuyo contenido acuoso es inferior a
0,05 %.

5 8. Procedimiento según la reivindicación 6
o 7, en el que el valor de acidez de los aceites glicéridos
es inferior a 0,3.

10 9. Procedimiento para la interesterifica-
ción catalítica de una mezcla de ésteres en presencia de
una dispersión de metal alcalino según las reivindicaciones
1 a 8, particularmente para la interesterificación continua
de aceites glicéridos comestibles, en el que se alimenta
de aceites glicéridos precalentados un reactor de interes-
terificación mantenido a una temperatura de 100 a 275°C,
15 descargándose el producto interesterificado desde el mismo,
y en el cual la cantidad de metal alcalino del reactor se
mantiene a una concentración basada sobre la cantidad total
de aceite existente en el reactor, que es, por lo menos
equivalente, pero no superior a 0,1 % en exceso del equi-
20 valente en concentración de la cantidad total de venenos
catalíticos existentes en la mezcla de aceite.

 10. Procedimiento según la reivindicación
9; en el que el metal alcalino se disuelve prácticamente
por completo en un minuto.

25 11. Procedimiento según la reivindicación
9 o 10, en el que se lleva a cabo la reacción en un reac-
tor de tubo, en el cual la velocidad de flujo de los acei-
tes glicéridos que se trata de interesterificar se ajusta
para proporcionar un tiempo de permanencia de la mezcla en
30 el reactor de 1 a 10 minutos.

29 SEP 1968



1

12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 11, en el que se dispersa el sodio en la mezcla de aceites y la temperatura de dicha mezcla es de 100 a 140°C.

5

13. Procedimiento según la reivindicación 12, en el que se lleva a cabo la reacción a una temperatura de 115 a 135°C.

10

14. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO PARA LA INTERESTERIFICACION CATALITICA DE UNA MEZCLA DE ESTERES EN PRESENCIA DE UNA DISPERSION DE METAL ALCALINO".

15

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veinticuatro páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 12 Julio 1968

BERNARDO UNGRIA

p.p.

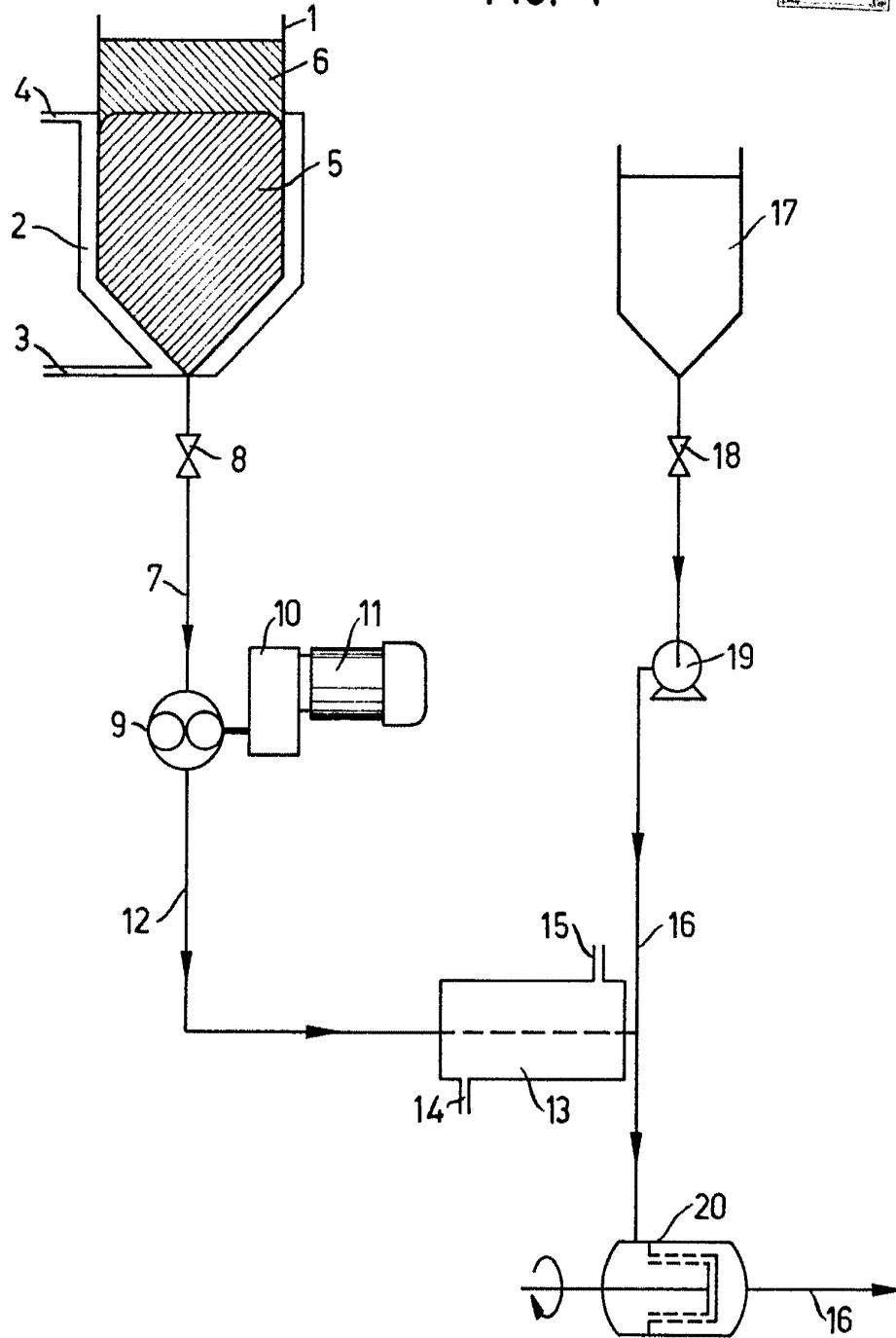
20

25

30



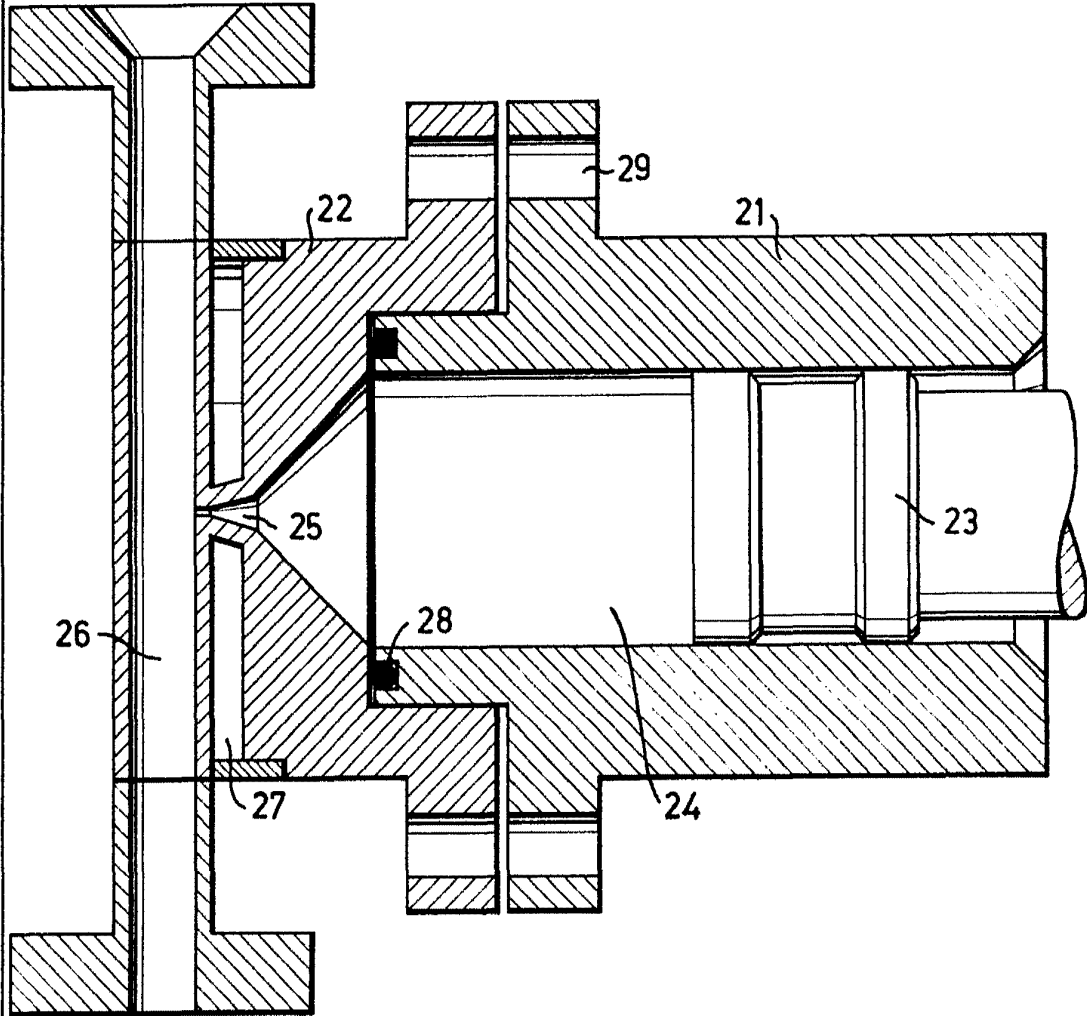
FIG. 1



ESCALA VARIABLE
 MADRID, 12 DE Julio DE 19 68
 BERNARDO GARCÍA
 P. P.



FIG. 2

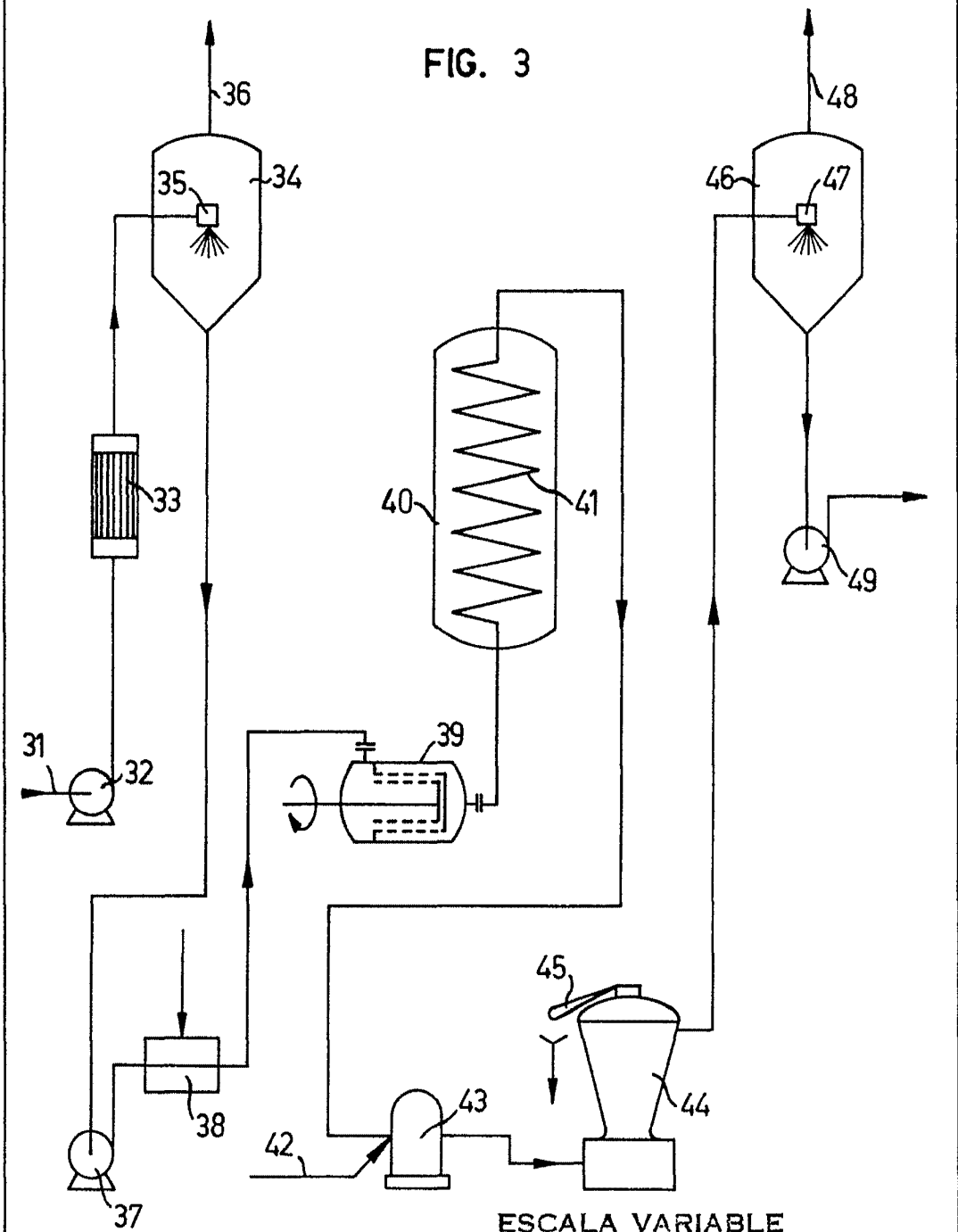


ESCALA VARIABLE
MADRID, 12 DE Julio DE 1968
BERNARDO UNGRÍA
P. P.



1968

FIG. 3



ESCALA VARIABLE
 MADRID, 12 DE Julio DE 1968
 BERNARDO UNGRÍA
 P. P.