

382175

S/Ref.: EYM/me  
N/Ref.: 19783/ml

382175

PATENTE DE INVENCION



24

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.E.
CLASE <u>6/11</u>
SUBCLASE <u>6</u>

6/11 6/11  
6 6

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"PROCESO PARA PRODUCIR ALCOHOLES Y ACIDOS GRASOS DE CERA DE LA LANA".-

-----

Solicitante: La Sociedad Norteamericana MALMSTROM  
CHEMICAL CORP., domiciliada en 1501 West  
Elizabeth Avenue, LINDEN, New Jersey 07036,  
U.S.A.-

Inventores: D. Conrad J. Sunde y  
D. Thomas B. Richey

-----

382175

- 2 -

24



Esta invención se refiere a la producción de alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana, y más particularmente es relativa a la producción de estos materiales a partir de la grasa de la lana.

5. Hasta ahora se ha propuesto producir estos alcoholes y ácidos a partir de la grasa de la lana por saponificación de la grasa de la lana, extrayendo luego la masa saponificada con un disolvente para los constituyentes insaponificables, retirando la capa de disolvente y evaporando el disolvente del extracto con el fin de recuperar el material insaponificable.

10. Los procedimientos propuestos hasta ahora para producir alcoholes de cera de la lana por saponificación de la grasa de la lana, seguido de la extracción de la mezcla saponificada, deben ser llevados a cabo bajo unas condiciones controladas cuidadosamente, con el fin de evitar la indeseable distribución de las fases y la formación de emulsiones indeseables. Por estas y otras razones, resulta difícil lograr una saponificación completa o sustancialmente completa de la grasa de la lana.

15. El principal objeto de la invención es proporcionar un proceso para el tratamiento de la grasa de la lana con vistas a separar de ella los alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana en una forma lo más pura posible.

20. Otro objeto es proporcionar un proceso para saponificar completamente la grasa de la lana, con el fin de obtener a partir de ella un alcohol de valor de saponificación muy bajo.

25. Otro objeto de la invención es proporcionar un proceso para la extracción y recuperación continua de los alcoholes de cera de la lana a partir de la grasa de la lana saponificada.

30. Otro objeto de la invención es proporcionar un proce-

382175

382175

24



so de extracción de los alcoholes de cera de la lana a partir de los jabones obtenidos por la saponificación de la grasa de la lana.

5. Otro objeto de la invención es proporcionar un proceso para la recuperación de los ácidos grasos de la grasa de la lana a partir del refinado obtenido por la extracción de los alcoholes de la cera de la lana a partir de la grasa de la lana saponificada.

10. El proceso de la invención comprende, en primer lugar, la saponificación de la grasa de la lana por medio de álcalis en presencia de una mezcla de alcohol isopropílico y agua como co-disolventes; a continuación, la extracción del alcohol de cera de la lana a partir de la mezcla saponificada, usando heptano o hexano como disolvente; y luego el lavado del extracto de heptano-alcohol de cera de la lana con 15. una solución de hidróxido potásico, y posteriormente con agua, para eliminar los residuos que pudieran quedar presentes en él.

20. Es una ventaja del proceso el hecho de que la dilución del producto saponificado con una cierta cantidad de alcohol isopropílico y agua, sirve para impedir la emulsificación del sistema y permite una buena separación de las fases durante la fase de extracción posterior.

25. De acuerdo con la invención, la fase de extracción y también, si se desea, la fase de lavado se realizan mejor en una columna de extracción con discos rotativos, continua, en contracorriente. La misma puede tener la forma de la bien conocida Columna de Discos Rotativos o la llamada Turbo-Mezcladora, suministrada por la Turbo-Mixer Division de la General American Transportation Corporation, Nueva York, N.Y. 30.



- Por el procedimiento de la invención, se puede saponificar la grasa de la lana en un período de menos de 24 horas para dar una fracción de alcohol que tiene un valor de saponificación de 2,0 ó menos. Se puede lograr la extracción de los alcoholes de cera de la lana a partir de la mezcla saponificada de acuerdo con el procedimiento de la invención, mediante el uso de heptano como disolvente con una eficiencia de extracción del 95%, usando una relación disolvente: alimentación de 1:1. Se puede esperar que relaciones más altas de disolvente con relación a la alimentación den como resultado unas eficiencias de extracción aún más elevadas, así como unos productos más puros (alcohol y ácidos).
- 5.
- 10.

- Para llevar a cabo la fase de saponificación de la grasa de la lana se puede emplear hidróxido sódico o bien hidróxido potásico. No obstante, preferimos usar el hidróxido sódico. La cantidad de hidróxido sódico debería ser normalmente aproximadamente del 11 al 12% de la grasa de la lana, por peso, cargada en el recipiente de saponificación. Dicho recipiente está provisto de medios de agitación apropiados para facilitar la reacción entre el álcali y los ácidos grasos de la grasa de la lana.
- 15.
- 20.

- Resulta esencial una completa saponificación de hasta por lo menos el 98% con el fin de que el alcohol de cera de la lana obtenido tenga un valor de saponificación de 2 o menos. Es una ventaja de la invención el hecho de que proporciona un método satisfactorio para saponificar la grasa de la lana de manera que dé una fracción de alcohol que tenga un valor de saponificación de 2 o menos.
- 25.

- Hemos descubierto que el uso del alcohol isopropílico como co-disolvente con el agua en la fase de saponifica
- 30.

24 JUL



ción de la grasa de la lana facilita la saponificación de la grasa de la lana y hace posible la obtención de una saponificación del 99% en 24 horas a temperatura de reflujo y a presión atmosférica. Por otra parte, el alcohol isopropílico sirve también como co-disolvente durante las fases subsiguientes de extracción y purificación de las fracciones de alcohol de cera de la lana y de ácidos grasos de grasa de la lana.

5.

En el curso de la fase de saponificación, la mezcla de alcohol isopropílico-grasa de la lana y agua se convierte en una fase. Usando una cantidad razonable de agitación, se puede lograr la saponificación incluso de la grasa de la lana difícilmente saponificable con un grado del 95% en un espacio de 6 a 8 horas, y un grado del 99% en 24 horas o menos, a presión atmosférica, con producción de un alcohol de cera de la lana que tiene un valor de saponificación de 2 o menos.

10.

15.

El procedimiento aquí descrito utilizando alcohol isopropílico como co-disolvente con agua en la fase de saponificación, hace posible la producción de una fracción de alcohol de cera de la lana que tiene un valor de saponificación tan bajo como el indicado anteriormente.

20.

La cantidad de alcohol isopropílico usada para lograr los resultados antes mencionados puede variar entre aproximadamente el 30 y el 50% en peso, basado en el peso de la grasa de la lana.

25.

En la Tabla I que sigue, se exponen los datos con respecto a varias pruebas experimentales, utilizando en todas ellas la misma calidad de grasa de lana, y en las que la grasa de la lana fue saponificada de acuerdo con la invención. En cada caso, se usó una agitación de moderada a buena.

- 6 - 382175

24



TABLA I

PRUEBA NUMERO	DISOLVENTE USADO	EMPERATURA DE LA TAN- DA	TIEMPO DE TRATAMIENTO/ HORAS	PRESION USADA KG POR CENTIME- TRO CUA- DRADO	VALOR DE SA- PONIFICA- CION DEL ALCOHOL PRODUCIDO
5.					
1	50% H <sub>2</sub> O 40% alcohol isopropílico	219	8	Atmosférica	6,7
2	45% H <sub>2</sub> O 37% alcohol isopropílico	208	21	"	1,9
10.					
3	40% H <sub>2</sub> O	240	7-8	1,05-1,4	2,2
4	235% H <sub>2</sub> O	245-250	24	1,05-1,4	19,6

Según se verá por la Tabla I, el material obtenido en la Prueba N° 2 (21 horas) presentaba un valor de saponificación de 1,9 y el material obtenido en la Prueba N° 1 (8 horas) presentaba un valor de saponificación de 6,7; mientras que los obtenidos en las Pruebas N° 3 y N° 4, en las que no se mezcló alcohol isopropílico con el agua, presentaban un valor de saponificación de 2,2 en el caso de la prueba N° 3, en la que se usó 40% de agua y un tiempo de tratamiento de 7-8 horas, en comparación con un valor de 19,6 en la Prueba N° 4, en la que se usó 235% de agua y un tiempo de tratamiento de 24 horas. Tanto en la Prueba N° 3 como en la Prueba N° 4, fue necesario equipo de presión.

Luego se diluye la grasa de lana saponificada con una mezcla de alcohol isopropílico y agua, con el fin de impedir la emulsificación y permitir una rápida separación de las fases durante la fase de extracción subsiguiente. Con tal objeto, en el caso de una mezcla saponificada, fabricada por tratamiento de 3.629 Kgs de lanolina con 412,77 Kgs de hidró-



- xido sódico, se diluyó 1.451,5 Kgs de alcohol isopropílico y 1.560,3 Kgs de agua con, aproximadamente, 7.257 Kgs de alcohol isopropílico y 17.962 Kgs de agua. Se verá por las cifras anteriores que durante la saponificación, se usan aproximadamente 0,4 partes de alcohol isopropílico y aproximadamente 0,43 partes de agua por cada parte de lanolina, en peso, y para la dilución del producto saponificado, se usa aproximadamente 2 partes de alcohol isopropílico y aproximadamente 5 partes de agua (por cada parte de lanolina, en peso).
- 5.
10. Luego se trata la grasa de lana saponificada para extraer de ella el alcohol de cera de la lana. El extracto y el jabón extraído (refinado) son tratados luego para recuperar las fracciones de alcohol de cera de la lana y de ácidos grasos.
15. De acuerdo con la invención, se lleva a cabo de manera continua la extracción de los alcoholes de cera de la lana a partir de la mezcla de jabón-isopropanol-agua y se efectúa usando hexano o heptano como disolvente. Al ser el hexano un disolvente volátil, altamente inflamable, se prefiere emplear el heptano que es menos volátil, que ha resultado ser tan bueno como el hexano en la operación de extracción.
20. Preferentemente, se conduce la operación de extracción en el tipo bien conocido de contactor de discos rotativos del tipo de columna extractora de contra-corriente (al que se hará referencia en adelante como Unidad R.D.C.). Esta forma de columna de extracción consiste, en resumen, en un cierto número de compartimentos formados por una serie de anillos estatóricos, con un disco rotativo centrado en cada compartimento y soportado por un árbol rotativo. (Chemical Engineering Progress, Vol. 51, Nº 3, Marzo 1955, p. 141).
- 25.
- 30.



24

Durante el funcionamiento de la Unidad R.D.C. para la extracción del alcohol de cera de la lana a partir de la mezcla de grasa de lana saponificada, se introduce el heptano por la parte inferior de la columna y actúa como fase "homogénea" o

5. "completa". Fluye hacia arriba, en su interior, en contracorriente con relación a la mezcla saponificada descendente, que entra en la columna por su parte superior. La mezcla saponificada de jabones, agua, y alcohol isopropílico es dispersada por los discos bajo forma de numerosas gotitas (llamada por consiguiente fase "discontinua"), dependiendo el tamaño de las gotitas de la velocidad del rotor, que manda en gran parte las condiciones de extracción.

- El material saponificado suministrado a la Unidad R.D.C. deberá estar suficientemente diluido con una solución de alcohol isopropílico y agua para asegurar y facilitar la separación de las fases en la operación de extracción. La concentración del alcohol isopropílico en la mezcla de jabón, agua y alcohol isopropílico que es suministrada a la columna de extracción debería ser suficientemente alta para reducir al mínimo la formación de sólidos dentro de la columna de extracción.

- Según una ilustración específica de la fase de extracción, se suministró el disolvente (por ejemplo heptano) a la Unidad R.D.C. en una relación de 1:1 con relación a la alimentación de la solución de jabones, agua y alcohol isopropílico para la misma, para extraer el alcohol de cera de la lana a partir de la mezcla de jabón, isopropanol y agua. Esta se eleva a una relación de aproximadamente 5:1 de disolvente (heptano) con relación a los alcoholes de cera de lana extraídos en contraste con las relaciones del orden de 80:1 en el caso de



los procedimientos empleados hasta la fecha, usando procedimientos de extracción por tandas.

5. La temperatura de la alimentación acuosa así como del disolvente se mantienen entre 54,4 y 60°C. La temperatura de la columna de extracción se mantiene a 37,7°C o algo más alta para ayudar a reducir al mínimo la formación de sólidos en la columna. La velocidad de rotación de los discos puede ser mantenida entre 30 y 60 r.p.m.

10. El procedimiento anteriormente descrito ha resultado permitir la extracción de los alcoholes de cera de la lana a partir de la grasa de lana saponificada con eficiencias de extracción medias del 95% o mejores. Se determina la eficiencia de extracción por extracción del refinado extraído y midiendo la cantidad de material extraíble no extraído por la fase  
15. de extracción real. Las eficiencias de extracción obtenidas por el procedimiento aquí descrito, calculadas a partir de las pruebas reales, varían entre un mínimo de aproximadamente el 86,4% y un máximo del 97,7%

20. El extracto, compuesto por disolvente (heptano) y alcohol de cera de la lana, es descargado en la parte superior de la columna de la unidad R.D.C. y lavado, para eliminar los jabones, a partir de los cuales se puede recuperar los ácidos grasos según se indica más adelante. Para el lavado del extracto, éste es suministrado a una Unidad R.D.C., en la que se  
25. puede efectuar el lavado sometiendo el extracto a un contacto en contra-corriente primero con la solución acuosa diluida de hidróxido potásico (convenientemente una solución de 1% de KOH-agua) seguido del lavado con agua para eliminar el KOH.

30. Se puede efectuar este lavado del extracto con álcali acuoso suministrando la solución de KOH-agua a la columna de



extracción R.D.C. a una velocidad de 1/10 a 1/20 la velocidad de alimentación del extracto a la misma; siendo la velocidad de rotación del orden de 50-60 r.p.m.

5. El efecto del tratamiento de lavado del extracto es indicado por los siguientes datos del contenido de cenizas del extracto no lavado y lavado:

	% Cenizas
Extracto no lavado	0,81
1400 g. de extracto lavado	
10. con 200 ml. de KOH al 1%	0,02

(y luego con 1000 ml. de alcohol isopropílico y agua al 50-50).

15. El lavado del extracto con agua, seguido del lavado con álcali, tiene además como función y ventaja eliminar el alcohol isopropílico del extracto. Ello es deseable, puesto que hace posible la recuperación de todo el alcohol isopropílico. El alcohol isopropílico y los jabones lavados del extracto pueden ser combinados con el refinado obtenido en la fase de extracción descrita.

20. El extracto lavado de heptano-alcohol de cera de la lana es sometido posteriormente a un tratamiento en un evaporador seguido por la destilación en vacío con vapor para separar el disolvente y recuperar la fracción de alcohol de cera de la lana. El disolvente puede ser restituído al depósito o recipiente a partir del cual es suministrado inicialmente el disolvente a la columna de extracción.

25. La calidad de los alcoholes de cera de la lana obtenidos por la práctica de la invención es indicada por los datos de la Tabla II, que muestra los resultados de los ensayos realizados con tales alcoholes de cera de la lana:



TABLA II

	Absorción de agua	1300
	Punto de fusión (°C.)	50-51
	Valor de saponificación	6,0
5.	Valor hidróxilo	160
	Colesterol	31,8%
	Color (30% CCl <sub>4</sub> )	
	Absorción en un Espectrofotómetro DU24000	0,39 abs. a 470
10.		0,137 abs. a 520
	Genizas	0,7%

El refinado, es decir, la solución extraída de agua-jabón-alcohol isopropílico, que se separa de la fracción de alcohol de cera de la lana en la fase de extracción, está compuesto principalmente por jabones de ácidos grasos, y algunos productos insaponificables. Contiene también entre el 4% y 10% de heptano y 7-15% de alcohol isopropílico. Los productos procedentes del lavado del álcali y del lavado con agua del extracto de heptano de la grasa de lana saponificada se combinan convenientemente con el refinado.

Para recuperar el disolvente y los ácidos grasos presentes en el refinado, éste es acidificado, por ejemplo, con ácido sulfúrico diluido, para dar los ácidos grasos de los jabones presentes en el refinado. La mezcla de ácidos grasos y disolventes es bombeada a través de una columna separadora continua para recuperar los disolventes (heptano y alcohol isopropílico) y eliminarlos completamente del refinado.

La acidificación del refinado debería ser tal que dispusiera su pH bastante por debajo de 7,0; de otro modo



se produciría una cantidad considerable de espumación durante la operación realizada en la columna de separación para la retirada de los disolventes. El uso de una columna separadora continua para la recuperación de los disolventes tiene además la ventaja de contribuir a la producción de ácidos grasos de buen color, a causa del bajo tiempo de contacto que prevalece durante la recuperación de los disolventes. La columna de separación empleada puede tener convenientemente la forma de la bien conocida Unidad Rodney-Hunt.

10. Después de la retirada de los disolventes, los ácidos grasos son decantados, lavados con agua y secados.

Las propiedades de los ácidos grasos recuperados a partir del refinado por el procedimiento aquí descrito son indicadas por los siguientes datos:

15.

TABLA III

Valor de acidez	149,0
15% color Colorímetro Unión	3,5-4
Valor de saponificación	170,5
Valor hidróxilo	58,2

20.

Productos insaponificables	7,4%
Valor yodo	10,6
Temperatura de desprendimiento de vapores inflamables	209,9°C

El análisis del contenido de productos insaponificables de la fracción de ácidos grasos recuperada a partir del refinado muestra que posee un valor de colesterol del orden del 28%. Ello indica que algo del alcohol de cera de la lana no ha sido extraído y ha permanecido en el refinado. Por posterior extracción del refinado, se obtiene un ácido graso

25.

que tiene un valor de saponificación de 178,9 y un contenido

30.



de productos insaponificables del 1,4%. De una manera similar, la re-saponificación del refinado, y la posterior extracción por el procedimiento aquí descrito dieron un ácido graso que tenía un valor de saponificación de aproximadamente 180 y un

5. contenido de productos insaponificables de aproximadamente 2,6.

Aunque el valor de productos insaponificables de 7,4% de la Tabla III indica que algo del alcohol de cera de la lana quedó sin extraer y que estaba presente en el refinado, esta cifra es compatible con las indicadas anteriormente para

10. las eficiencias de extracción que pueden ser obtenidas en la práctica de la invención. El uso de una cantidad adicional, por ejemplo de una relación más elevada de disolvente en la

15. fase de extracción servirían para reducir sustancialmente la cantidad de los materiales insaponificables presentes en la fracción de ácidos grasos.

El solicitante se reserva el derecho de introducir en la presente invención, cuantos perfeccionamientos sobre la misma puedan derivarse, mediante la solicitud de los correspondientes Certificados de Adición en la forma señalada por la

20. Ley.

N O T A

La Patente de Invención que se solicita en España por veinte años, según la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCESO PARA PRODUCIR ALCOHOLES Y ACIDOS GRASOS DE

25. CERA DE LA LANA", según las siguientes,

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

1ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana, que consiste en saponificar la grasa de la lana en presencia de una mezcla co-disolvente de alcohol isopropílico y agua y someter la grasa de la lana saponificada a una extracción continua en contra-corriente en una columna

30.

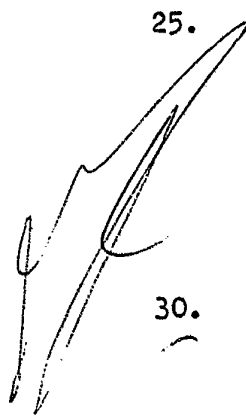


de extracción con discos rotativos con un disolvente hidro-  
carbonado seleccionado del grupo consistente en hexano y hep-  
tano, sometiendo el extracto disolvente a un lavado en contra-  
corriente primeramente con una solución alcalina acuosa, diluí-  
da y posteriormente con agua, y evaporando dicho disolvente del  
5. extracto lavado para recuperar a partir del mismo los alcoholes  
de cera de la lana.

2ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos  
de cera de la lana, según la reivindicación 1, en el que  
10. el disolvente a partir del cual se recupera los alcoholes de  
cera de la lana es suministrado a/y utilizado como disolvente  
en dicha fase de extracción.

3ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos  
de cera de la lana, según reivindicaciones anteriores que  
15. comprende la saponificación de la grasa de la lana en una solu-  
ción co-disolvente de isopropanol y agua, el tratamiento de la  
masa saponificada con un disolvente seleccionado del grupo  
consistente en hexano y heptano en contacto continuo en contra-  
corriente dentro de una columna de extracción de discos rotati-  
vos para extraer el alcohol de cera de la lana de dicha  
20. masa, y el lavado de los materiales que contienen jabón de dicho  
extracto sometiéndolo a un contacto continuo en contracorrien-  
te con una solución acuosa diluída de álcali.

25. 4ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos  
de cera de la lana, según la reivindicación 3, en el que di-  
chos materiales que contienen jabón están combinados con el  
refinado formado en dicha extracción, mediante disolventes  
de los alcoholes de cera de la lana a partir de la masa saponi-  
ficada.



30.

5ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos

2975

24



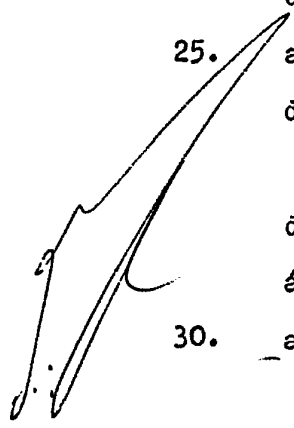
de cera de la lana, según la reivindicación 4, en el que los ácidos grasos son recuperados a partir de dicho refinado combinado y de dicho material que contiene jabón lavado a partir de dicho extracto.

- 5. 6ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana, según reivindicaciones anteriores, que consiste en saponificar la grasa de la lana en una mezcla co-disolvente compuesta por alcohol isopropílico y agua, someter la masa saponificada a una extracción continua en contracorriente en una columna de extracción de discos rotativos con heptano para separar la fracción de alcohol de cera de la lana a partir de la masa saponificada, someter el extracto del alcohol de cera de la lana-heptano a un lavado continuo en contracorriente con una solución alcalina diluida y con agua, y evaporar el heptano a partir de la fracción de extracto lavada para recuperar el alcohol de cera de la lana.
- 10.
- 15.

- 20. 7ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana, según reivindicación 6, en el que el refinado obtenido en dicha extracción de dicha masa saponificada con heptano es acidificado con ácido mineral y sometido a una acción de separación continua para retirar el disolvente y recuperar los ácidos grasos del mismo.

- 25. 8ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana, según la reivindicación 6, en el que los alcoholes de cera de la lana recuperados son sometidos a una destilación mediante vapor.

- 30. 9ª.- Proceso para producir alcoholes y ácidos grasos de cera de la lana, según la reivindicación 7, en el que los ácidos grasos son recuperados a partir de dicho refinado por acidificación del mismo con ácido diluido para disponerlo a





un pH sustancialmente inferior a 7,0 y destilando los disolventes a partir del mismo.

10ª.- "PROCESO PARA PRODUCIR ALCOHOLES Y ACIDOS GRASOS DE CERA DE LA LANA".

5. Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 24 de Julio 1970.-

MALMSTROM CHEMICAL CORP.,

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERO  
P.P.

Firmado: M.ª Dolores Jaquera