

ACIO.	BOI- e II
SUBCLAS.	D B



PATENTE DE INVENCION

Span 3935/4091.

Memoria Descriptiva

386919

sobre:

386919

PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS DE
ACIDOS GRASOS.

Solicitante: HENKEL & CIE. GmbH., entidad alemana, residente en
Henkelstrasse 67, 4000 Düsseldorf, República Federal
Alemana.

Las patentes españolas nº 215 092 y 254 639 describen un procedimiento para la separación de mezclas de ácidos grasos en componentes de distinto punto de fusión, que consiste en preparar una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas, separadas entre sí, en una solución acuosa que contiene un agente tensioactivo y, en caso
5. dado, electrolitos sin actividad capilar, y separar esta dispersión, con ayuda de centrifugas de pared maciza, en dos fases, de las cuales una se compone esencialmente de



los ácidos grasos líquidos y la otra de una suspensión de los ácidos grasos sólidos en la solución acuosa de agente tensioactivo. Las partículas sólidas de ácido graso y la solución acuosa de agente tensioactivo se separan entonces en forma en si conocida, por ejemplo, por filtración o fundiendo los ácidos grasos presentes hasta este momento en estado sólido, de manera que estos últimos se pueden separar de la fase acuosa como fase líquida coherente. La solución acuosa de agente tensioactivo, libre de ácido graso, se recicla entonces al procedimiento.

10.

Este procedimiento se ha dado a conocer bajo la denominación de "procedimiento de hidrofilización" y se emplea industrialmente en gran escala para separar el ácido sebaceo destilado en oleina y estearina; pero también se puede emplear para separar otros ácidos grasos. Entre estos se encuentran, por ejemplo, las mezclas de ácidos grasos prácticamente saturados de distintos puntos de fusión.

15.

La invención se refiere a un procedimiento mejorado para la separación de mezclas de ácido graso en componentes de distintos puntos de fusión por aplicación del conocido procedimiento de hidrofilización. El procedimiento según la presente invención se caracteriza porque en la elaboración de las mezclas de ácido graso, que contienen de un 0,8 a un 15 % en peso, preferentemente de un 1 a un 10 % en peso, de sustancias orgánicas acompañantes, que no son

20.

25.



5. de la clase de los ácidos orgánicos, se extrae una parte de la solución acuosa de agente tensioactivo del circuito y se sustituye por agua, o por agente tensioactivo, y/o soluciones acuosas que contengan electrolitos, entendiéndose por "sustancias orgánicas acompañantes que no son de la clase de los ácidos orgánicos" las materias primas que sirven para la obtención de la mezcla de ácidos grasos, las sustancias que provienen de la misma obtención o de la elaboración de las mezclas de ácido graso a separar, cuya composición no corresponde a la fórmula $R-COOH$ (R = resto hidrocarburo saturado o insaturado, alifático, que puede ser también cicloalifático, de cadena recta o ramificada, que contiene de 7 a 27, y, preferentemente de 9 a 21 átomos de carbono).
- 10.
15. A continuación, en la descripción del procedimiento, por razones de simplificación, la mezcla de ácidos grasos a separar, de distintos puntos de fusión, se denomina como "mezcla de partida", la fase líquida que se obtiene al separar como "aceite", la fase sólida que se obtiene al separar como "partes sólidas" y la solución acuosa empleada como adyuvante para la separación como "solución". La expresión "partes sólidas" se emplea también para los ácidos grasos de punto de fusión alto, cuando estos se presentan en estado líquido en las condiciones del procedimiento que prevalecen en cada caso.
- 20.
- 25.



5. Por "sustancias orgánicas acompañantes" en el sentido de la definición de arriba se entienden, entre otras, las sustancias existentes en las grasas naturales que, al disociar o saponificar estas grasas, no suministran ácidos grasos, pero que se quedan en las mezclas de ácidos grasos. En las mezclas de ácidos grasos de origen sintético se entienden por sustancias acompañantes los productos de partida para la obtención de estos ácidos grasos, tales como por ejemplo, las parafinas, olefinas, alcoholes, aldehidos, etc. que, en caso dado, después de la elaboración de los ácidos grasos en bruto, se quedan parcial o totalmente en los productos del presente procedimiento.

10. Las sustancias acompañantes orgánicas, según la definición de arriba, pueden ser productos ácidos, en forma de éster o insaponificables. Entre estos se encuentran, por ejemplo, los ácidos grasos hidroxí, los peróxidos de ácido graso, los hidroperóxidos de ácido graso, los ácidos dicarboxílicos (por ejemplo, los ácidos grasos dímeros), los glicéridos parciales, los ésteres de ácido graso o de ácido graso hidroxí de ácidos grasos hidroxí, los alcoholes, 15. los aldehidos, las cetonas, los fosfátidos, las estearinas, los carotinoides, el tocoferol, el gosispol y otros componentes fenólicos, hidrocarbonados así como los productos de descomposición de las sustancias mencionadas. Algunas de estas 20. sustancias acompañantes se pueden separar por destila-

25.

- 5 386919



ción de los ácidos grasos: otras tienen aproximadamente el mismo punto de ebullición que los ácidos grasos, de manera que la purificación de los ácidos grasos, solo por destilación, no siempre es posible.

5. Todas estas impurezas no similares a los ácidos grasos, que provienen de la obtención o de la elaboración de los productos de partida a separar, se denominan a continuación, para mayor simplificación, como "NF". Su cantidad se puede determinar según procedimientos analíticos conocidos. Sin embargo la decisión de si un producto de partida determinado se ha de elaborar según la variante del procedimiento de la presente invención no exige siempre la
10. previa determinación analítica de todos estos componentes NF arriba mencionados. Para la práctica es suficiente, en la mayoría de los casos, determinar las cantidades en insaponificables (UV) y en gliceridos parciales o bien triglicéridos. Si la suma de estos dos componentes NF sobrepasa las cantidades mínimas arriba definidas, entonces es innecesaria la determinación de los demás componentes NF.
15. Ya se ha propuesto agregar a las mezclas de ácidos grasos, a separar con ayuda del proceso de hidrofiliación, disolventes orgánicos para lograr de esta manera, al cristalizar las partes sólidas, una mejora del efecto separador. Estos disolventes orgánicos no se han de considerar, en el
20. sentido de la invención, como sustancias acompañantes que
- 25.



proviene de la obtención o de la elaboración de los ácidos grasos.

5. Las cantidades de la solución de agente tensioactivo a extraer se encuentran en general entre >10 y un 70 % en peso de la solución de agente tensioactivo empleado. En detalle dependen aproximadamente de la cantidad de componentes NF existentes en la mezcla de partida. Si la cantidad de componentes NF es de 0,8 a un 4, y preferentemente, de un 1 a un 3 % en peso (tales contenidos en componentes NF se encuentran frecuentemente en los ácidos grasos destilados), entonces, la cantidad de la solución de agente tensioactivo extraído, en la mayoría de los casos, está comprendida entre >10 y 40, preferentemente entre un 15 y un 30 % en peso. Si se elaboran, sin embargo, mezclas de partida con un grado de pureza inferior, en las cuales las cantidades de componentes NF estén comprendidas entre >4 y un 15 % en peso (un ejemplo típico son los ácidos grasos de disociación con grados de disociación comprendidos entre un 90 y un 97 %), entonces se recomienda extraer de un 20 a un 70 % en peso de la solución de agente tensioactivo.
- 10.
- 15.
- 20.

25. El procedimiento de hidrofiliación ha adquirido una gran importancia práctica en la separación de ácidos sebáceos destilados en oleina y estearina, ya que en comparación con procedimientos anteriores - prensado de la oleina fuera de la mezcla de ácido graso solidificada o bien

- 7 386919



5. cristalización de la estearina de una solución del ácido sebáceo en disolventes orgánicos a temperaturas bajas y separación por filtración de la solución -- reúne en si las considerables ventajas de la realización del procedimiento en forma continua, sin el empleo de disolventes orgánicos, combustibles, con una realización sencilla del procedimiento.

10. Por el contrario se ha demostrado, en estudios efectuados por la solicitante, que el resultado de la separación en los ácidos grasos disociables sin destilar -- implicado por la calidad diferente de los productos en bruto -- está sometido a grandes fluctuaciones que reducen considerablemente el valor del procedimiento para esta mezcla de partida. Mediante la invención es ahora posible elaborar también este tipo de mezclas de partida, independientemente de la calidad de los productos de partida, con rendimiento siempre igual de buenos; además, el nuevo procedimiento ha demostrado ser también ventajoso en la elaboración de mezclas de ácidos grasos destilados.

20. El conocimiento de las causas de los resultados de separación insatisfactorios obtenidos ocasionalmente al elaborar materiales de partida especiales no se puede desprender de la literatura previa. Es por lo tanto el mérito de los inventores el haber reconocido este problema técnico.

25. La variante del procedimiento elaborada por ellos,

386919



5. adecuada para la solución de este problema, tiene la sorprendente ventaja de que prescinde de una operación de purificación especialmente costosa. Se pueden por lo tanto elaborar mezclas de ácidos grasos con los componentes NF allí existentes, aunque la presencia de estos ha demostrado ser el origen de las dificultades que se presentan ocasionalmente en el modo de trabajo conocido.

10. Las mezclas de partida a elaborar según la presente invención pueden haber sido obtenidas de las grasas más diversas de origen vegetal o animal; pero también se puede tratar aquí de mezclas de partida de origen sintético. Como ejemplos de tales grasas sean mencionadas la grasa de coco o de palmera, el aceite de palma, el aceite de semilla de algodón, el aceite de girasol, el aceite de cacahuate, el aceite de colza, el aceite de ricino, la manteca de cerdo, los sebos de distinto origen, así como los aceites de pescado y de ballena. Aunque desde el punto de vista económico la separación de los ácidos sebáceos en oleína y estearina ha demostrado ser especialmente interesante, se pueden elaborar también, sin embargo, mezclas de ácidos grasos saturados e insaturados de otros orígenes, por ejemplo, ácidos grasos parcialmente hidrogenados, especialmente cuando los ácidos grasos a hidrogenar tienen un grado considerable de insaturación.

25. Incluso se pueden separar en fracciones de distintos

- 9 386919



puntos de fusión las mezclas de ácidos grasos esencialmente saturados, por ejemplo, las mezclas de ácidos grasos que prácticamente están totalmente endurecidos ó las mezclas de ácidos grasos prácticamente totalmente saturados, de origen sintético.

5.

Las mezclas de partida se emplean convenientemente en estado fundido y lentamente se enfrían a la temperatura en la que se ha de realizar la separación. Para enfriar se emplean convenientemente refrigeradores rascadores.

10.

Estos son unos tubos con camisa de refrigerador cuyas superficies interiores se mantienen, libres de las partes sólidas que cristalizan mediante un rascador giratorio. Si el producto de partida se ha de liberar solo

15.

de cantidades reducidas de partes sólidas, entonces incluso se puede enfriar, con buen resultado, en un depósito con agitación normal.

20.

La mezcla de partida se enfría hasta que se logre la temperatura de separación y se separe una cantidad de partes sólidas correspondiente a esta temperatura. Según

una variante de este procedimiento se bombea la mezcla de partida desde un depósito de almacenamiento, a través del refrigerador rascador, de nuevo hacia el depósito de almacenamiento hasta que toda la cantidad que se encuentra en

25.

el depósito de almacenamiento del material a separar se haya enfriado a la temperatura de separación. En esta varian



5. te del procedimiento se produce un intercambio de calor entre el material enfriado, que sale del refrigerador rascador, y el material mas caliente, que se encuentra aún en el depósito de almacenamiento, y se ha demostrado que trabajando de esta manera se obtiene un mejor resultado de separación que enfriando directamente la mezcla de partida en el refrigerador rascador a la temperatura de separación. La mezcla de aceite y partes sólidas así obtenida, se dispersa ahora en la solución de agente tensioactivo, que convenientemente se ha puesto antes a temperatura de separación. La solución de agente tensioactivo se emplea en una cantidad de 0,3 a 3, preferentemente de 1 a 2 partes en peso, referido a 1 parte en peso de la mezcla de partida enfriada.
10. Como agentes tensioactivos se pueden emplear, además de jabones, sustancias aniónicas y no iónicas, hidrosolubles, que reducen la tensión superficial de la solución acuosa y, de esta manera, hacen que los componentes líquidos de la mezcla de partida se desplacen de la superficie de los componentes sólidos por la solución acuosa del agente tensioactivo. Como agentes tensioactivos se pueden utilizar, por ejemplo, los siguientes compuestos que muestran un resto alquílico con 8 a 18, y preferentemente con 10 a 16 átomos de carbono en la molécula: alquilbencenosulfonatos, alquilsulfonatos, sulfatos de alcohol graso, productos
- 15.
- 20.
- 25.



de reacción sulfatados de alcoholes grasos con 1 a 10 y, preferéntemente con 2 a 5 moles de óxido de etileno y/o óxido propilénico, sulfatos de monoglicérido, etc. Los agentes tensioactivos aniónicos mencionados se emplean pre-
5. feréntemente en forma de sus sales sódicas; pero también se pueden emplear en forma de sales potásicas, amónicas, mono-, di- o trietanolamónicas.

Como compuestos no iónicos se pueden emplear, por ejemplo, los productos de adición hidrosolubles de óxido
10. de etileno y alquifenoles o alcoholes grasos.

Convenientemente se emplean las cantidades de agente tensioactivo precisas para que inmediatamente antes de su entrada en la centrífuga separadora, esten presentes, por cada 100 partes en peso de solución, de 0,05 a 2, y
15. preferéntemente de 0,1 a 1 partes en peso de agente tensio activo. Las indicaciones de cantidad arriba mencionadas para el agente tensioactivo comprenden no solo el agente tensioactivo que se encuentra realmente disuelto en la fase acuosa, sino también las cantidades de agente tensioactivo disuelto en el aceite o bien adsorbido en la superficie
20. de las partes sólidas.

El efecto del agente tensioactivo se mejora si contiene disueltos electrolitos no tensioactivos, inertes con relación a las mezclas de partida. Entre estos se encuentran, por ejemplo, los cloruros, sulfatos o nitratos hidro
25.



5. solubles de metales mono- a trivalentes, especialmente de los metales alcalinos, alcalinotérreos o térreos. Ante todo se han acreditado los aditivos de sulfato de sodio, sulfato de magnesio o sulfato de aluminio. La concentración de electrolito en la dispersión a separar está comprendida entre 0,1 y 10, y preferentemente entre 0,5 y 2% en peso, calculándose estas cifras, igual que en el caso de la concentración del agente tensioactivo, del electrolito totalmente existente en la dispersión, pero referido a la fase acuosa existente en la dispersión. En relación con esta invención se entiende por solución de agente tensioactivo, preferentemente, una solución de agente tensioactivo que contenga electrolito.

10. Al aladirse la mezcla de partida enfriada a la solución de agente tensioactivo, se desplaza el aceite de las superficies de las partes sólidas. Se ha observado que es conveniente añadir la mezcla de partida, en primer lugar con solamente una cantidad parcial de solución de agente tensioactivo concentrada y llevar lentamente la dispersión concentrada, así formada, mediante adición de agua, solución de electrolito o solución de agente tensioactivo diluida, a la concentración final deseada. Ventajosamente se añade la mezcla de partida enfriada priméramente con un 5 a un 50, y preferentemente con un 10 a un 30 % de la solución de agente tensioactivo a emplear en total, para agre-

15.

20.

25.

POOR
QUALITY

386919



- gar entonces l ntamente la soluci n adicional precisa para alcanzar la concentraci n final deseada. Como para diluir se emplea prefer ntemente la soluci n de agente tensioactivo recuperada del procedimiento, se obtiene el contenido en agente tensioactivo de la soluci n de agente tensioactivo concentrado, a a adir al producto de partida enfriado, de la cantidad y del contenido en agente tensioactivo de la soluci n de agente tensioactivo en la dispersi n a separar, el contenido en agente tensioactivo de la soluci n de agente tensioactivo reciclada y de la cantidad parcial de soluci n de agente tensioactivo con la cual el producto de partida enfriado se pone prim ramente en contacto.
- 5.
- 10.

- El procedimiento arriba descrito para la obtenci n de la dispersi n a separar es susceptible de distintas variaciones. Asi, es por lo ejemplo, posible enfriar la mezcla de partida y la soluci n de agente tensioactivo conjuntamente a la temperatura de separaci n. Se puede emplear en este caso la mezcla de partida totalmente fundida; pero tambi n se puede enfriar la mezcla de partida prim ramente en ausencia de soluci n de agente tensioactivo hasta que se haya cristalizado una parte, prefer ntemente de un 30 a un 85, especialmente de un 40 a un 70 % en peso de las partes s lidas a separar en total, para, entonces continuar enfriando despu s de adicionar la soluci n de agente tensioactivo.
- 15.
- 20.
- 25.



5. procedimiento ha demostrado ser especialmente ventajosa:
La mezcla de partida previamente enfriada, en la que ya se han separado partes sólidas, se dispersa priméramente en una cantidad parcial de solución concentrada de agente tensioactivo; después se enfría la dispersión concentrada, así obtenida, mediante solución diluida fría de agente tensioactivo, agua fría o bien solución de electrolito fría hasta la temperatura de separación y se lleva a la concentración deseada de agente tensioactivo y electrolito. Para esta finalidad se puede emplear también hielo.

10. En la elaboración de la mezcla de partida hasta ahora descrita pueden penetrar pequeñas cantidades de aire en la dispersión, que perjudican el resultado de la separación. Este aire se puede eliminar en forma sencilla, por ejemplo, agitando lentamente la dispersión.

15. La dispersión se conduce entonces a las centrífugas de pared maciza donde se separa en dos fases de distintos pesos específicos. Para ello se pueden emplear los más diversos tipos de centrífugas. Se pueden emplear, por ejemplo, centrífugas de tubos, centrífugas de plato o centrífugas mondadoras. Ante todo las de este último tipo en la que las fases se retiran de la centrífuga a través de tubos mondadores han demostrado ser útiles para el procedimiento de la presente invención.

20. De la centrífuga salen dos fases; una, el aceite, que

25.



- 15 - 386919

5. se compone esencialmente de los componentes líquidos de la mezcla de partida, la otra es una suspensión de las partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo. El aceite se puede conducir después de lavar, y en caso dado secar, a su finalidad de empleo; también se puede separar de nuevo según el procedimiento de la presente invención para obtener así un aceite con un punto de enturbiamiento correspondientemente inferior.

10. La suspensión de las partes sólidas en la solución de agente tensioactivo, que sale de la centrífuga, se puede seguir elaborando en distintas formas. Así se pueden separar las partes sólidas como tales de la solución acuosa de agente tensioactivo, por ejemplo, por filtración, centrifugación, etc. Ha demostrado ser especialmente conveniente fundir las partes sólidas por calentamiento de la
15. suspensión y separar las dos fases, que se obtienen, en centrífugas, cajas de separación o con ayuda de otros dispositivos.

20. De la solución acuosa de agente tensioactivo, que se obtiene, se desecha una parte y se sustituye por agua fresca, solución de electrolito o por solución de agente tensioactivo. Las cantidades de la solución de agente tensioactivo conducidas en circuito a extraer y a sustituir por solución fresca de agente tensioactivo dependen de la
25. constitución del material de partida a elaborar en cada ca-



386919

5. so. Estas cantidades se adaptaran a las necesidades por lo tanto durante el servicio de una instalación; es decir, que se variarán de manera que mediante cantidades, de solución de agente tensioactivo a extraer, lo mas reducidas posible, se logre una mejora óptima del resultado de separación en servicio continuo.

10. La solución de agente tensioactivo se puede extraer en cualquier punto arbitrario del circuito o simultáneamente en varios puntos. Preferentemente se toma, después de separar la solución de agente tensioactivo de las partes sólidas fundidas.

15. Un sistema de aparatos adecuado para la realización del proceso de separación según la presente invención se representa en la figura 1 adjunta. La mezcla de partida fundida, a separar, se alimenta a través de la bomba de impulsión P1 al refrigerador rascador K y abandona éste como mezcla pastosa de aceite y partes sólidas. Esta mezcla llega al dispositivo mezclador M que se compone de varias cámaras mezcladoras dispuestas una detrás de la otra, estando dotada cada una de ellas de un agitador. En la primera cámara mezcladora se agita el producto de partida enfriado con la solución más concentrada de agente tensioactivo que afluye a través de la tubería L1 para formar una dispersión; en la siguiente cámara mezcladora se introduce y agita la solución más diluida de agente tensioactivo o bien la solu-

20.

25.



- ción de electrolito. Se forma así la dispersión en la que las partículas de aceite y las partículas de las partes sólidas se encuentran, separadas entre sí, dispersadas en la solución de agente tensioactivo. Esta dispersión se separa entonces con ayuda de la centrífuga de pared maciza Z
5. en el aceite, como fase más ligera, y en una suspensión de las partes sólidas en la solución de agente tensioactivo, como fase más pesada. Esta última se conduce por la bomba de impulsión P2 hacia el calentador W3 donde se funden las
10. partes sólidas; las partes sólidas fundidas y la solución de agente tensioactivo pasan entonces, juntas, al separador A del que salen las partes sólidas fundidas en L14, como fase más ligera y la solución de agente tensioactivo en L16 como fase más pesada. Esta fase más pesada retorna entonces, a través del intercambiador de calor W1, por la tubería L2 hacia el mezclador M. En la forma de trabajo según
15. la presente invención se extrae una parte de la solución de agente tensioactivo, que sale por L16, a través de la tubería L18; a través de la tubería L3 se sustituye la cantidad extraída por solución fresca. Sin embargo no es imprescindible introducir la solución fresca en el lugar donde, en
20. el dibujo, desemboca la tubería L3 en la tubería que viene del separador A. La solución fresca se puede alimentar naturalmente también directamente, como solución de agente tensioactivo o de electrolito, al mezclador M, especialmente
- 25.



5.

en las cámaras mezcladoras conectadas a continuación, destinadas para diluir la dispersión formada en primer lugar. La invención se refiere además a un desarrollo del procedimiento arriba descrito; se caracteriza porque como mínimo una de las dos fracciones obtenidas, la fracción de bajo punto de fusión (aceite) y/o la fracción de punto de fusión mas alto (partes sólidas), se transforma en una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas, separadas entre si, en solución acuosa de agente tensioactivo y de esta se aísla una fracción de ácido graso de punto de fusión más bajo y una fracción de ácido graso de punto de fusión más alto.

10.

15.

Si se elabora el aceite que se ha obtenido según el procedimiento de la presente invención, en una separación anterior, entonces se trabaja según uno de los procedimientos arriba descritos, es decir, en ausencia ó en presencia de solución acuosa de agente tensioactivo, enfriando a una temperatura de separación correspondientemente más baja en comparación con la primera etapa de separación (etapa fría); la solución de agente tensioactivo que circula en la segunda etapa de separación puede formar un circuito propio, independiente del circuito de agente tensioactivo de la primera etapa de separación; la solución de agente tensioactivo puede sin embargo fluir también en ambas etapas de separación.

20.

25.



5. La aplicación por segunda vez del procedimiento de la presente invención a un aceite obtenido en una etapa de separación anterior tiene, en la mayoría de los casos, la finalidad de eliminar de él reducidas cantidades de componentes de punto de fusión elevado, especialmente para reducir en la olefina el punto de enturbiamiento. En este caso se recicla la fracción de punto de fusión alto, que se obtiene como parte sólida, en la mayoría de los casos al circuito del procedimiento. Sin embargo también pudiera ser deseable separar el aceite en dos fracciones de distintos márgenes de fusión que, en forma conocida, se aíslan como tales y se conducen a su finalidad de empleo correspondiente.

15. Si el procedimiento se emplea a temperaturas más elevadas para las partes sólidas obtenidas en una separación anterior (etapa caliente) entonces se puede efectuar esto según dos variantes del procedimiento. Una de las variantes consiste en calentar la solución de agente tensioactivo con las partes sólidas allí dispersadas de manera que una porción de las partes sólidas se funda y forme el aceite en esta dispersión. La segunda variante consiste en fundir totalmente las partes sólidas y transformarlas, como arriba se ha descrito, de nuevo en una dispersión de partículas de aceite y de partes sólidas, separadas entre sí, de las cuales el aceite y las partes sólidas se aíslan sin

20.

25.



- embargo a una temperatura superior a la de la primera etapa de separación. Estas posibilidades tienen una especial importancia práctica cuando en la separación de oleina-estearina la estearina, obtenida en la primera etapa de separación, se ha de transformar en un producto con índice de yodo más bajo. En este caso se retorna la fracción oleagosa obtenida a la primera etapa de separación. El procedimiento se puede emplear, sin embargo, también para separar las partes sólidas obtenidas en la primera etapa de separación en dos fracciones con finalidades de empleo especiales.
- 5.
10. No es necesario extraer la solución de agente tensioactivo en las etapas de separación dispuestas a continuación; allí se pueden mantener también sin extracción circuitos de agente tensioactivo propios que sean independientes del circuito de agente tensioactivo de las otras etapas de separación, especialmente del de la primera etapa de separación.
- 15.
20. Sin embargo pudiera ser ventajoso, según la calidad de la mezcla de partida elaborada en la primera etapa de separación, el trabajar también en las etapas de separación dispuestas a continuación con soluciones de agente tensioactivo de las cuales se separan corrientes parciales y que se mezclan con fase acuosa fresca, es decir, con solución de agente tensioactivo fresco, solución de electrolito libre de agente tensioactivo fresco, ó agua con agente tensioacti-
- 25.

386919



vo fresco y libre de electrolito.

5. Como la solución de agente tensioactivo empleada en la primera etapa de separación se compone parcialmente de fase acuosa fresca, también se puede emplear la solución de agente tensioactivo, que se obtiene después de la primera etapa de separación, en las etapas de separación dispuestas a continuación.

10. La solución de agente tensioactivo empleada en una etapa de separación dispuesta a continuación se puede componer también, por lo menos parcialmente, de una fase acuosa no empleada anteriormente para una separación. Este es siempre el caso cuando en una etapa de separación, dispuesta a continuación, se introduce fase acuosa fresca. En una etapa de separación dispuesta a continuación de estas se pueden elaborar o bien el aceite obtenido de una etapa de separación anterior o las partes sólidas obtenidas en una etapa de separación anterior. Estas últimas se funden preferentemente para esta finalidad y se transforman en una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas, separadas entre sí, en solución acuosa de agente tensioactivo agregándose entonces la fase acuosa fresca de la solución de agente tensioactivo o de la dispersión empleadas.

20. Siempre que se utilice también la solución de agente tensioactivo empleada en una etapa de separación anterior en las etapas de separación dispuestas a continuación,

25.

386919



5. se recomienda tomar la parte a extraer de solución de agente tensioactivo después de la separación de las partes sólidas en una etapa de separación dispuesta a continuación, preferentemente en la última. Si a continuación de la primera etapa de separación se han dispuesto varias etapas de separación, entonces se puede extraer la solución de agente tensioactivo consumida en un lugar o en varios lugares simultáneamente, por ejemplo, después de la primera etapa de separación, después de la etapa fría o después de la etapa caliente. Ventajosamente se reúnen las fracciones obtenidas después de la separación de las partes sólidas y de ellas se retira la cantidad deseada de solución de agente tensioactivo.

10.

15. Como, según la presente invención, es indiferente de dónde se extrae la solución de agente tensioactivo consumida y se agrega la fase acuosa fresca, se puede prescindir, al extraer la solución de agente tensioactivo después de la última etapa de separación y al adicionar fase acuosa fresca en la etapa de separación dispuesta a continuación, de un intercambio de solución de agente tensioactivo en la primera etapa de separación, siempre que la solución de agente tensioactivo se recicle desde las etapas de separación dispuestas a continuación a la primera etapa de separación.

20.

25.

Un sistema de aparatos para la nueva separación del



aceite obtenido en la primera etapa de separación se representa esquemáticamente en la figura 2.

5. La mezcla de partida líquida se conduce a través de la bomba dosificadora P1 al refrigerador rascador K1 y allí se transforma en una mezcla pastosa de aceite y partes sólidas. Esta llega al dispositivo mezclador M1 donde, con solución concentrada de agente tensioactivo (de L1), solución diluida de agente tensioactivo L2 y solución de electrolito L3 se transforma en una dispersión de partículas de aceite y partes sólidas, separadas entre sí, en solución acuosa de agente tensioactivo. Este mezclador tiene convenientemente varias cámaras mezcladoras que son fluidas consecutivamente por las fases a mezclar o se compone de varios recipientes mezcladores, dispuestos uno detrás del otro. De esta manera es posible reunir la mezcla de partida enfriada priméramente con solución acuosa de agente tensioactivo concentrada y diluir esta dispersión entonces, después de agregar solución acuosa de agente tensioactivo, diluida y/o solución de electrolito libre de agente tensioactivo, a una 10. concentración de agente tensioactivo más baja. Esta dispersión pasa a la centrífuga de pared maciza Z1, de la que en 15. L5 sale como fase pesada una suspensión acuosa de las partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo y, como fase ligera L4, el aceite.

25. El aceite se conduce por la bomba P3 a un segundo re-



- frigerador rascador K2; la mezcla que aquí se obtiene de aceite y partes sólidas llega a un segundo recipiente mezclador M2 en el que se dispersa en solución acuosa de agente tensioactivo. Para esta finalidad se alimenta bajo agitación por ejemplo, por L7 solución concentrada de agente tensioactivo, por L6 solución de agente tensioactivo diluida así como, en caso dado, a través de L8 solución de electrolito, y se forma una dispersión de partículas separadas entre sí de aceite y partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo. También este mezclador puede contener, como el de la primera etapa, varias cámaras mezcladoras o estar compuesto de una serie de recipientes mezcladores dispuestos uno detrás del otro, de manera que también el producto de partida enfriado se puede reunir primeramente con solución de agente tensioactivo concentrada para después diluir la dispersión a concentraciones de agente tensioactivo más reducidas. Esta dispersión se separa, al igual que en la primera etapa, en una segunda centrífuga de pared maciza Z2 en el aceite que sale por L10, como fase ligera, y la suspensión de partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo que sale en L11, como fase pesada.

Las partes sólidas, que se obtienen en L5 o bien L11 como suspensión en solución acuosa de agente tensioactivo, se diferencian por su punto de fusión o bien su indi-



- ce de yodo; así, por ejemplo, en una separación de oleina-
-estearina, las partes sólidas que se obtienen en L5 con-
tienen menos oleina que las que se obtienen en L11. Las
partes sólidas que se obtienen en la segunda etapa se pue-
den, opcionalmente, retornar arbitrariamente al procedi-
5. miento, por ejemplo, mezclándolas después de la separación
de la solución acuosa de agente tensioactivo con el mate-
rial de salida aún líquido o que sale del refrigerador K2;
pero también se puede, como se ha mostrado en la figura,
10. elaborar junto con la suspensión que se obtiene en L11.
Para esta finalidad se conduce la suspensión con ayuda de
la bomba P4 a través del calentador W5 donde se calienta a
una temperatura por encima del punto de fusión de las par-
tes sólidas. La mezcla de partes sólidas fundidas y solu-
15. ción de agente tensioactivo pasa entonces al separador A,
en la que se separan entre sí las partes sólidas fundidas
y la solución diluida de agente tensioactivo. Una parte
de la solución de agente tensioactivo extraída del separa-
dor A se desecha a través de la válvula V5 en L18 y de es-
20. ta manera se extrae del circuito; otra parte llega a tra-
vés de la bomba F6 y el refrigerador W1 o bien W2, hacia
las válvulas de regulación V1 o bien V2 en los mezcladores
M1 o bien M2.

25. Como una parte de la solución de agente tensioacti-
vo conducido en circuito se extrae en L18 y en L3 se agrega



fase acuosa fresca, se trabaja también en el mezclador M2 con una solución de agente tensioactivo de la cual una parte se sustituyó por fase acuosa fresca.

5. Un sistema de aparatos para la nueva separación de ambas fracciones, obtenidas en la primera etapa de separación, a temperatura alta o bien a temperatura baja se ha representado en la figura 3. La mezcla de partida a separar se bombea por la bomba P1 a través del refrigerador rascador K1 al dispositivo mezclador M1. Este está construido preferentemente en la forma arriba descrita; se compone de distintas cámaras mezcladoras, a través de las cuales fluye consecutivamente la mezcla de partida. En la primera cámara mezcladora se reúne la mezcla, que abandona el refrigerador rascador K1, primeramente a través de la tubería L1 con solución concentrada de agente tensioactivo; a través de la tubería L3 se puede agregar agua libre de agente tensioactivo o solución de electrolito libre de agente tensioactivo y a través de la tubería L2 la solución de agente tensioactivo reciclada del procedimiento. La dispersión formada en el dispositivo mezclador M1 pasa a la centrífuga Z1 y allí se separa en dos fases de las cuales la más pesada, presente como suspensión de partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo, se evacua a través de la tubería L5 y la bomba P2, mientras la fase más ligera, esencialmente compuesta de aceite, fluye a través

10.

15.

20.

25.

386919



de la tubería L4.

5. Para la separación de reducidas cantidades de partes de punto de fusión más elevado (etapa fría) aún existentes en este aceite, se conduce éste a través de la tubería L4 al mezclador M2 - este solo necesita estar compuesto de un simple recipiente mezclador - y allí se mezcla con la solución de agente tensioactivo que viene de la tubería L6, reciclado del procedimiento. Si es necesario se pueden alimentar aquí a través de las tuberías L7 o bien L8 solución concentrada de agente tensioactivo y/o agua libre de agente tensioactivo o bien solución de electrolito libre de agente tensioactivo. Las soluciones acuosas adicionales en este lugar pueden tener una temperatura inferior al aceite mismo; para esta finalidad se puede enfriar la solución acuosa de agente tensioactivo retornada por el intercambiador de calor W2. La cantidad de esta solución acuosa de agente tensioactivo se dosifica por la válvula V2.
- 10.
- 15.

20. La dispersión formada en el mezclador M2, en la que pueden estar presentes ciertas cantidades de partes sólidas cristalizadas, se impulsa a través de la tubería L9 y la bomba P3 al refrigerador rascador K2, donde se enfría a temperatura de separación. Desde allí llega a la centrífuga Z2 de la que en L10, como fase ligera, sale un aceite cuyo punto de enturbiamiento es inferior al punto de enturbiamiento del aceite que sale de la centrífuga Z1. Como fa-
- 25.



5. se pesada se obtiene en L11 una suspensión de cristales de ácido graso en solución acuosa de agente de tensión que, con ayuda de la bomba P4, se impulsa a través del calentador W5, que abandona como mezcla de solución acuosa de agente tensioactivo y partes sólidas fundidas. El separador A1 separa esta mezcla en las partes sólidas fundidas que salen por L14 y la solución acuosa de agente tensioactivo que sale por L16. A través de la válvula V5 y la tubería L18 se puede extraer una parte de esta solución de agente tensioactivo.

10. Para la elaboración de la suspensión de partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo, que sale de la centrífuga Z1, a temperatura alta (etapa caliente) se tienen dos posibilidades: o bien se calienta toda la dispersión a una temperatura en la cual funde una parte de las partes sólidas, o la suspensión se calienta hasta fundir totalmente las partes sólidas y entonces se enfría a la temperatura de separación de la etapa caliente. En el primero de los casos la bomba P2 impulsa la suspensión, con la válvula V3 cerrada, a través de la válvula V4 abierta hacia el refrigerador rascador K3 calentado, del que entonces sale una dispersión de partículas de aceite y de material sólido, separadas entre si, en solución acuosa de agente tensioactivo. En el segundo de los casos la bomba P2 impulsa la suspensión, con la válvula V4 cerrada, a tra-

25.



- vés de la válvula V3 abierta hacia el intercambiador de calor W3, donde las partes sólidas funden totalmente; la mezcla que sale se transforma en el refrigerador rascador K3, dispuesto a continuación, en una dispersión de partículas
5. de aceite y partes sólidas, separadas entre sí, en solución acuosa de agente tensioactivo. Esta se separa en la centrífuga Z3 en el aceite que se obtiene como fase ligera y la suspensión de partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo como fase pesada. La bomba P5 impulsa esta
10. suspensión al calentador W6; la mezcla formada de solución de agente tensioactivo y partes sólidas fundidas se separa en el separador A2 en las partes sólidas fundidas, que se obtienen en L15, y en la solución acuosa de agente tensioactivo. Esta última se extrae por L17; a través de la válvula
15. V6 y la tubería L19 se puede extraer una parte de la solución de agente tensioactivo.

La parte no extraída de la solución de agente tensioactivo caliente, que sale de los separadores A1 y A2, se recicla conjuntamente por la bomba P6 y la tubería L20 al procedimiento y por el intercambiador de calor W1 se enfría

20. a la temperatura con la cual ha de entrar en la primera etapa. Las válvulas V1 y V2 regulan las cantidades parciales de solución acuosa de agente tensioactivo que se reciclan a la primera etapa o bien a la etapa fría.

25. Trabajando según el esquema de procedimiento según



la figura 2 se obtienen cuatro fracciones de distintos puntos de fusión o bien de enturbiamiento. Si de esta manera se separan ácidos sebáceos en estearina y olefina se pueden considerar la oleína que sale de la etapa fría y la estearina que sale de la etapa caliente como los productos del procedimiento propiamente dichos. Las otras dos fracciones se reciclan al material de partida a elaborar en la primera etapa de separación.

5.

Ejemplos:

10.

En los ejemplos 1 a 4 se describe, en cada caso, la elaboración de dos mezclas de partida distintas en un sistema de aparatos según la figura 1: ácido graso de disociación sin destilar y ácido graso destilado. El ácido graso de disociación se había obtenido a partir de triglicéridos por disociación con agua a temperaturas elevadas y presión elevada y ulterior separación de la fase acuosa, que contiene la glicerina; en los ácidos grasos de destilación se trata de destilados de estos ácidos grasos de disociación.

15.

20.

De la solución de agente tensioactivo diluida introducida a través de la tubería L2 en el mezclador se emplearon un 10 % como solución concentrada de agente tensioactivo, el resto como solución diluida de agente tensioactivo o bien como solución de electrolito. Estas soluciones tenían, siempre que no se indique expresamente otra cosa, igual temperatura que la mezcla de aceite y partes sólidas que aban-

25.



5. donan el refrigerador rascador K. Las indicaciones contenidas en los ejemplos sobre contenidos en agente tensioactivo y/o electrolito valen para la dispersión formada en el mezclador M en la que las partículas de aceite y las partículas de partes sólidas se encontraban, separadas entre si, dispersadas en la solución de agente tensioactivo. Las indicaciones sobre los contenidos en agente tensioactivo y/o electrolito comprenden las cantidades existentes en total en una dispersión de estas de agente tensioactivo y/o electrolito, pero referido a la fase acuosa.

10. Si bien las fracciones de punto de fusión más alto obtenidas estaban presentes en estado fundido, se denominan en los ejemplos, para mayor sencillez, como "partes sólidas".

15. En los ejemplos 1 - 4 se comparan los resultados de separación obtenidos según la presente invención con aquellos que se obtienen trabajando en forma similar, pero sin extraer una parte de la solución de agente tensioactivo. Este modo de trabajo, si bien es conocido en sus fundamentos, provienen los detalles sin embargo de trabajos internos, sin publicar; por esta razón no se deben considerar los ejemplos comparativos como pertenecientes al actual estado de la técnica.

20. Los contenidos en componentes NF indicados en los ejemplos son las sumas de los contenidos en UV y los glicé-

25.

386919



ridos. Los últimos se calculan de los contenidos analíticamente determinados en glicerina enlazada en forma de éster, bajo la condición previa de cálculo de que toda la glicerina esté presente como diglicérido (en realidad: mezcla de mono-, di- y triglicérido) y de que los ácidos grasos contenidos en los glicéridos tengan el mismo peso molecular promedio que los ácidos grasos libres.

5.

Ejemplo 1

10.

a) Elaboración de ácido sebaceo destilado (SZ = 204, VZ = 206, JZ = 52, NF = 1 % en peso). 1 t/h de esta mezcla de partida se enfrió en el refrigerador rascador a 5°C;

15.

la mezcla pastosa obtenida de aceite y partes sólidas se mezcló entonces priméramente con 0,3 t/h de solución de agente tensioactivo concentrada y después de 1,2 t/h de solución de agente tensioactivo diluida de manera que la dispersión saliente del mezclador contenía 1,5 partes en peso de solución de agente tensioactivo por parte en peso de material de partida enfriado, cuyo contenido en agente tensioactivo ascendía a un 0,25 % en peso de decilsulfato

20.

sódico y su contenido en electrolito a un 1 % en peso de MgSO₄. La dispersión se separó entonces en la forma usual en una fase oleaginosa y acuosa; como fase oleaginosa se obtuvieron 0,39 t/h de oleina con un punto de enturbiamiento de 4°C; después de la elaboración de la fase acuosa se obtuvieron 0,61 t/h de estearina con un JZ = 28.

25.



5. Empleado sin embargo el mismo ácido graso según el procedimiento de la presente invención, es decir, bajo extracción continua del circuito de 0,2 t/h de solución de agente tensioactivo y sustitución de la cantidad extraída por la misma cantidad de solución al 1 % de $MgSO_4$ con dosificación simultánea de la cantidad de solución concentrada de agente tensioactivo necesaria para que el contenido en agente tensioactivo de la dispersión se mantuviera continuamente en el valor nominal, se obtuvieron 0,52 t/h de estearina (JZ = 17) y 0,48 t/h de oleina (punto de enturbiamiento = 4°C).
10. Según la variante del procedimiento de la presente invención se obtuvo, por lo tanto, una estearina más pura y un mayor rendimiento en oleina.

15. b) Elaboración de ácido sebáceo de disociación sin destilar (SZ = 199, VZ = 206, JZ = 53, NF = 4,5 % en peso). Esta mezcla de partida se elaboró esencialmente bajo las mismas condiciones que las descritas en el ejemplo 1a; sin embargo el contenido en decilsulfato sódico se elevó a un 0,3 % en peso. A pesar del mayor contenido en agente tensioactivo fué insatisfactorio el resultado de la separación:
20. después de la elaboración se obtuvieron 0,355 t/h de oleina (punto de enturbiamiento 4°C y 0,645 t/h de estearina (JZ = 31).

25. Por el contrario, al separar del circuito según la presente invención, manteniendo igual el contenido en decil



sulfato sódico, 0,5 t/h de solución de agente tensioactivo y sustituirle por 0,5 t/h de solución al 1 % de $MgSO_4$ se obtuvieron 0,46 t/h de olefina (punto de enturbiamiento $4^{\circ}C$) y 0,54 t/h de estarina (JZ = 19).

5. Ejemplo 2

a) Elaboración de ácido graso de aceite de semillas de algodón destilado.

(SZ=202, VZ=204, JZ=103, NF= 1,7 % en peso)-

Modo de trabajo sin reivindicar:

10. Mezcla de partida enfriada a $5^{\circ}C$ (temperatura de separación).

Dispersión formada de 1 t/h de ácido graso enfriado, 0,4 t/h de solución concentrada de agente tensioactivo, diluido con 1,3 t/h de solución de agente tensioactivo reciclada.

15.

Composición de la solución de agente tensioactivo:

0,25 % en peso de decilsulfato sódico y 2 % en peso de Na_2SO_4 .

Productos del procedimiento:

20.

0,77 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento $6^{\circ}C$, JZ = 127).

0,23 t/h de ácido graso sólido (JZ = 26).

Modo de trabajo según la presente invención:

25.

Solución de agente tensioactivo extraída: 0,4 t/h sustituida por solución de Na_2SO_4 con contenido de agente tensioactivo y Na_2SO_4 mantenido constante.



Productos del procedimiento:

0,78 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento 6°C, JZ = 127).

0,22 t/h de ácido graso sólido (JZ = 18).

5.

b) Elaboración de ácido graso de disociación de semillas de algodón sin destilar (SZ = 197, VZ = 204, JZ=103, NF = 4,4 % en peso).

Modo de trabajo sin reivindicar:

Mezcla de partida enfriada a 5°C (temperatura de separación).

10.

Dispersión formada de 1 t/h de ácido graso enfriado, 0,4 t/h de solución concentrada de agente tensioactivo diluida con 1,5 t/h de solución de agente tensioactivo reciclada.

Composición de la solución de agente tensioactivo:

15.

0,45 % en peso de decilsulfato sódico y 2,5 % en peso de Na₂SO₄.

Productos del procedimiento:

0,735 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento 3°C, JZ = 128).

20.

0,265 t/h de ácido graso (JZ = 35).

Modo de trabajo según la presente invención:

Solución de agente tensioactivo extraído: 0,7 t/h sustituidos por solución de Na₂SO₄ con contenido de agente tensioactivo y Na₂SO₄ mantenido constante.

25.

386919



Productos del procedimiento:

0,770 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento 3°C, JZ = 128).

0,230 t/h de ácido graso sólido (JZ = 21).

5. Ejemplo 3.

a) Elaboración de una fracción de ácido graso de palmera destilado (SZ = 203, VZ = 205, JZ = 47, NF = 1,4 % en peso).

El producto de partida se había obtenido por disociación de grasa de palmera.

10.

Separación por destilación de todas las partes inferiores a C₁₆, nueva disociación del residuo de destilación y destilación del producto de disociación.

Modo de trabajo sin reivindicar:

15.

Mezcla de partida enfriada a 15°C (temperatura de separación).

Dispersión formada de 1 t/h de ácido graso enfriado, 0,1 t/h de solución de agente tensioactivo más concentrado, diluido con 0,9 t/h de solución de agente tensioactivo reciclado.

20.

Composición de la solución de agente tensioactivo: 0,25 % en peso de alquilsulfato de coco alquílico y 1,5 % en peso de MgSO₄.

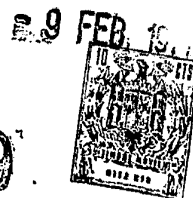
Productos del procedimiento:

0,38 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbia-



386919

- miento 13°C , JZ = 88).
- 0,62 t/h de ácido graso sólido (JZ = 22).
- Modo de trabajo según la presente invención:
- Solución de agente tensioactivo extraído: 0,25 t/h
5. sustituido por solución MgSO_4 manteniendo constante el contenido en agente tensioactivo y MgSO_4 .
- Productos del procedimiento:
- 0,43 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento 13°C , JZ = 88).
10. 0,57 t/h de ácido graso sólido (JZ = 16).
- b) Elaboración de fracción de ácido graso de disociación de palmera sin destilar según a) (SZ = 190, VZ = 205, JZ = 48, NF = 8,2 % en peso).
- Modo de trabajo sin reivindicar:
15. Mezcla de partida enfriada a 15°C (temperatura de separación).
- Dispersión formada de 1 t/h de ácido graso enfriado, 0,3 t/h de solución de agente tensioactivo más concentrado, diluido con 1,1 t/h de solución de agente tensioactivo reciclado.
20. Composición de la solución de agente tensioactivo: 0,25 % en peso de alquilsulfato de coco sódico y 1,5 % en peso de MgSO_4 .
- Productos del procedimiento:
25. 0,315 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento 13°C , JZ = 88).



0,085 t/h de ácido graso sólido (JZ = 29).

Modo de trabajo según la presente invención:

Solución de agente tensioactivo extraído: 0,4 t/h
sustituidos por solución de $MgSO_4$ con contenido en agente
5. tensioactivo y $MgSO_4$ mantenido constante.

Productos del procedimiento:

0,42 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbia-
miento $13^\circ C$, JZ = 88).

0,58 t/h de ácido graso sólido (JZ = 18).

10. Ejemplo 4

a) Elaboración de ácido graso de disociación desti-
lado de aceite de pescado (SZ = 199, VZ = 201, JZ = 126,
NF = 1,8 % en peso).

Modo de trabajo sin reivindicar:

15. Mezcla de partida enfriada a $5^\circ C$ (temperatura de se-
paración).

Dispersión formada de 1 t/h de ácido graso enfriado,
0,2 t/h de solución de agente tensioactivo más concentrado,
diluido con 1,2 t/h de solución de agente tensioactivo reci-
20. clado.

Composición de la solución de agente tensioactivo:

0,3 % en peso de decilsulfato sódico y 2 % en peso de $MgSO_4$.

Productos del procedimiento:

0,79 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbia-
miento $6^\circ C$, JZ = 151).



- 0,21 t/h de ácido graso sólido (JZ = 31).
- Modo de trabajo según la presente invención:
- Solución de agente tensioactivo extraído: 0,45 t/h sustituidos por solución de $MgSO_4$ con contenido en agente tensioactivo y $MgSO_4$ mantenido constante.
- 5.
- Productos del procedimiento:
- 0,81 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento $3^{\circ}C$, JZ = 151).
- 0,19 t/h de ácido graso sólido (JZ = 23).
10. b) Elaboración de ácido graso de disociación de aceite de pescado no destilado, (SZ = 194, VZ = 201, JZ = 128, NF = 65,0 % en peso).
- Modo de trabajo sin reivindicar:
- Mezcla de partida enfriada a $5^{\circ}C$ (Temperatura de separación).
- 15.
- Dispersión formada de 1 t/h de ácido graso enfriado, 0,5 t/h de solución más concentrada de agente tensioactivo, diluido con 1,5 t/h de solución de agente tensioactivo reciclado.
- Composición de la solución de agente tensioactivo:
20. 0,5 % en peso de decilsulfato sódico y 2 % en peso de $MgSO_4$.
- Productos del procedimiento:
- 0,795 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbiamiento $3^{\circ}C$, JZ = 152).
- 0,205 t/h de ácido graso sólido (JZ = 34).
- 25.



Modo de trabajo según la presente invención:

Solución de agente tensioactivo extraída: 0,45 t/h
sustituida por solución de $MgSO_4$ con contenido en agente
tensioactivo y $MgSO_4$ mantenido constante.

Productos del procedimiento:

5. 0,81 t/h de ácido graso líquido (punto de enturbia-
miento $3^{\circ}C$, JZ = 152).

0,19 t/h de ácido graso sólido (JZ = 24).

10. En el modo de trabajo descrito en los ejemplos 1-4
se puede aumentar el rendimiento manteniendo igual el tama-
ño de los refrigeradores rascadores y con igual resultado
de separación, si la mezcla de partida no se enfría en el
refrigerador rascador totalmente a la temperatura de sepa-
ración y la temperatura de separación se ajusta por disper-
sion de la mezcla de ácido graso en solución de agente ten-
sioactivo correspondientemente más frío. La diferencia de
15. temperatura puede ascender aquí, entre la mezcla de ácido
graso y solución de agente tensioactivo, por ejemplo, hasta
 10° .

Ejemplo 5

20. Como mezcla de partida sirvió ácido graso sin desti-
lar obtenido por disociación de sebo (SZ = 203, VZ = 207,
JZ = 53, NF = 1,2 % en peso).

Para la realización del procedimiento sirvió el sis-
tema de aparatos arriba descritos y representado en la adjun



ta figura 2. 2 t/h de la mezcla de partida se enfriaron en el refrigerador rascador K1 a 27°C. La mezcla así obtenida de aceite y partes sólidas se mezcló, en la primera cámara mezcladora del mezclador M1, con una solución al 27% de decilsulfato sódico; en las siguientes cámaras mezcladoras se agregaron 2,2 t/h de una solución más diluida de agente tensioactivo de 20°C y un contenido en MgSO₄ de un 1 % y 0,8 t/h de solución al 1 % de MgSO₄ libre de agente tensioactivo de 16°C. La solución de agente tensioactivo más concentrada al 27 % se dosificó en cantidades tales de manera que el contenido en agente tensioactivo en la dispersión formada ascendiera a un 0,22 % en peso de decilsulfato sódico (esta concentración se obtiene de la cantidad total de agente tensioactivo contenido en la dispersión, pero referida a la fase acuosa allí existente). Mediante intercambio de la temperatura entre la mezcla de salida que viene del refrigerador rascador y la solución de agente tensioactivo diluida más fría o bien solución de sulfato de magnesio, se separan ulteriores partes sólidas; la dispersión obtenida tenía una temperatura de 21°C. Esta dispersión se separó en una centrífuga de pared maciza Z1 en 1,15 t/h de aceite con un punto de enturbiamiento de 20°C, así como una suspensión de 0,85 t/h de partes sólidas en unas 3 t/h de solución acuosa de agente tensioactivo.

El aceite obtenido en la primera etapa de separación



5. se enfrió en el refrigerador rascador K2 a 10°C y, en la primera cámara mezcladora del mezclador M2, se mezcló con solución al 27 % de decilsulfato sódico. En las cámaras mezcladoras dispuestas a continuación se mezcló con 1,6 t/h de solución de agente tensioactivo reciclada del procedimiento, de 2°C. La solución de decilsulfato sódico al 27 % adicionada en la primera cámara mezcladora se dosificó de manera que el contenido en agente tensioactivo de la dispersión fuera de un 0,2 % en peso de decilsulfato sódico (para la indicación de la concentración veanse las explicaciones en el texto).
10. Mediante el intercambio de calor entre la mezcla de partida enfriada de la segunda etapa y la solución de agente tensioactivo mas fría se separaron ulteriores partes sólidas. La dispersión se separó entonces en la centrífuga de pared maciza Z2 en 0,92 t/h de una fase mas ligera, compuesta de oleína con un punto de enturbiamiento de 4°C y una fase más pesada, compuesta de 0,23 t/h de partes sólidas y 1,6 t/h de solución de agente tensioactivo.
15.

20. Las suspensiones de partes sólidas en solución de agente tensioactivo, obtenidas en la primera y segunda etapa de separación, se juntaron y se condujeron a través del calentador W5. Calentando a unos 90°C fundió la estearina, que se obtuvo en una cantidad de 1,08 t/h con un índice de yodo de 20. De unas 3 t/h de solución de agente tensioactivo en circulación se extrajeron 0,8 t/h del circuito.



Ejemplo 6

5. Este ejemplo describe la elaboración de una mezcla de ácido graso sin destilar obtenida por disociación de sebo de vaca de calidad industrial (SZ = 204, VZ = 207, JZ = 49, NF = 0,9 % en peso) en oleina y estearina empleando el sistema de aparatos de la figura 3 separándose las fracciones obtenidas en la primera etapa de separación cada vez en una etapa dispuesta a continuación (etapa caliente o bien etapa fría). Aquí se extrae una parte de la solución de agente tensioactivo detrás de la etapa caliente o bien etapa fría, mientras se adiciona solución en la primera etapa, en caso dado también en la etapa fría.

10. La mezcla de partida se enfrió, en un rendimiento de 1 t /h, en el refrigerador rascador K1 a 30° y después se mezcló con 0,2 t/h de solución al 1 % de Na₂SO₄ de 28°C y 1,4 t/h de una solución de Na₂SO₄ al 1 % conteniendo dodecilsulfato sódico reciclado del procedimiento de 29°C.

15. Además se dosificaron tales cantidades de solución al 10 % de dodecilsulfato sódico, que la dispersión saliente del dispositivo mezclador M1 con una temperatura de 29°C, contenía 0,19 % en peso de dodecilsulfato sódico, referido a la fase acuosa. De la centrífuga Z1 salieron 604 kg/h de oleina (JZ = 74) y una dispersión acuosa de 396 Kg/h de una estearina (JZ = 11).

20. Esta dispersión se condujo con ayuda de la bomba de

- 44 - 386919



5.

impulsión P2 con la válvula V3 cerrada a través de la válvula V4 por el refrigerador rascador K3 calentado con agua caliente; se formó así una suspensión calentada a $49,3^{\circ}\text{C}$ de aceite y partes sólidas que se separó en la centrífuga de pared maciza Z3 calentada a 49 a 50°C . Se obtuvieron en L12 72 kg/h de un ácido graso líquido (JZ = 35). La suspensión de las partes sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo se impulsó, a través de la bomba P5, al intercambiador de calor W6 y entonces se calentó a 90°C ; en el separador A2 se obtuvieron en L15 324 kg/h de una estearina (JZ = 6,1).

10.

Las 604 kg/h de oleina de 29°C obtenidas en la primera etapa de separación se mezclaron en el mezclador M2 con 500 kg/h de solución de Na_2SO_4 al 1 %, conteniendo dodecilsulfato sódico, reciclada de 16°C y con tanta solución al 10 % de dodecilsulfato sódico que el contenido en dodecilsulfato sódico de la dispersión formada, que ya contenía ciertas cantidades de partes sólidas, ascendiera a un 0,18% en peso. Esta dispersión se enfrió en el refrigerador rascador K2 a 8°C y en la centrífuga de pared maciza Z2 se separó en 416 kg/h de una olefina (JZ = 90), punto de enturbiamiento 6°C , y una suspensión acuosa de 188 kg/h de ácido graso sólido en solución acuosa de agente tensioactivo (JZ = 38).

15.

20.

25.

Los 416 kg/h de oleina (JZ = 90) obtenidos en la eta-



5. pa fría y los 324 kg/h de estearina (JZ = 6) obtenidos en la etapa caliente se consideran productos finales; las fracciones intermedias (188 kg/h de un ácido graso sólido a 8°C (JZ = 38) y los 72 kg/h de un ácido graso líquido a 49°C (JZ = 35)) se reúnen y retornan al procedimiento.

10. Se extrajeron las cantidades de solución de agente tensioactivo, obtenida en L16 y L17, liberada de las partes sólidas fundidas, a través de las válvulas V5 y V6, de manera continua, de modo que representasen un 30. % en peso de la solución de agente tensioactivo en circulación y se sustituyeron por solución nueva.

Ejemplo 7

15. Este ejemplo describe una variante del modo de trabajo según el ejemplo 2 que se limita a la etapa caliente. La dispersión que se obtiene en la primera etapa de separación de 396 kg/h de estearina en bruto (JZ = 11) se condujo a través de la bomba de impulsión P2, con la válvula V4 cerrada, a través de la válvula V3 abierta hacia el intercambiador de calor W3 y allí se calentó a 55°C con lo que la estearina en bruto fundió totalmente. En el refrigerador rascador K3 se formó entonces una suspensión calentada

20. a 49,7°C de aceite y partes sólidas en solución de agente tensioactivo. En la centrífuga Z3 se obtuvieron 75 kg/h de un ácido graso líquido (JZ = 39) y, después de elaborar la suspensión, de las partes sólidas en solución acuosa de agen



te tensioactivo 321 t/h de estearina pura (JZ = 4,5).

Ejemplo 8

5. Este ejemplo describe la elaboración de una mezcla de ácido graso obtenido por disociación de sebo de vaca de calidad industrial y ulterior destilación (SZ = 206, VZ = 208, JZ = 50, NF = 0,7 %); las condiciones de trabajo eran sensiblemente las mismas que las del ejemplo 2. En este caso es por lo tanto, suficiente mencionar las condiciones del procedimiento que varían de las indicaciones del ejemplo 2.

10. Primera etapa de separación:

Contenido en agente tensioactivo de la dispersión:

0,17 % en peso de dodecilsulfato.

Productos de la separación: 619 kg/h de olefina (JZ = 74), 381 kg/h de estearina (JZ = 11).

Productos de separación de la etapa caliente:

15. 65 kg/h de ácido graso líquido (JZ = 36) y 316 kg/h de estearina (JZ = 5,9).

20. Etapa fría: Contenido de agente tensioactivo en la dispersión: 0,17 % en peso de dodecilsulfato sódico. Productos de separación: 440 kg/h de olefina (JZ = 89, punto de enturbiamiento 6°C), 179 kg/h de ácido graso sólido (JZ = 37).

Se comprenderá que sin separarse del espíritu y alcance de este invento, definidos en las cláusulas siguientes, pueden introducirse modificaciones y variaciones en aquél.

386919



- N O T A -

Descrita sustancialmente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que éstas disposiciones son suscep-
5. tibles de modificaciones en cuanto no alteren su prin-
cipio fundamental. También se hace constar que este invento se presentó en Alemania como una solicitud de patente, con los siguientes nos. P 19 65 644.1 de 31 de diciembre de 1969, P 20 30 529.7 de 20 de junio de 1970,
10. acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor por lo que se solicita una Patentes de Invención por 20 años en España, sobre:PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS DE ACIDOS GRASOS., caracterizándose por lo siguiente:

15. 1.-Procedimiento para la separación de mezclas de ácidos grasos, en componentes de distintos puntos de fusión mediante transformación de la mezcla de partida en una dispersión de partículas de ácido graso líquidas y sólidas, separadas entre sí, en solución acuosa de agente tensioactivo y separación de esta dispersión con ayuda de
20. centrífugas de pared maciza en una fase ligera, compuesta esencialmente de los ácidos grasos líquidos, y una fase pesada, como suspensión de las partículas de ácido graso

hij



386919

sólidas en solución acuosa de agente tensioactivo, separación de las partículas sólidas de ácido graso de la solución acuosa de agente tensioactivo y retorno de la solución acuosa de agente tensioactivo al procedimiento, caracterizado porque en la elaboración de las mezclas de ácido graso, que contienen un 0,8 a 15% en peso, preferentemente de un 1 a un 10% en peso de sustancias acompañantes no de la clase de los ácidos grasos, una parte de la solución acuosa de agente tensioactivo se extrae del circuito y se sustituye por agua o por soluciones acuosas conteniendo agente tensioactivo y/o electrolitos, extendiéndose por "sustancias acompañantes orgánicas que no son de la clase de los ácidos orgánicos" (=NF). las materias primas que sirven para la obtención de la mezcla de ácidos grasos, las sustancias que provienen de la misma obtención o de la elaboración de las mezclas de ácido a separar, cuya composición no corresponde a la fórmula $R-COOH$ donde R significa un resto hidrocarburo saturado o insaturado, alifático, en caso dado también cicloalifático, de cadena recta o ramificada, conteniendo de 7 a 27, y preferentemente de 9 a 21 átomos de carbono.

2.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las cantidades de la solución de agente tensioactivo extraídas ascienden a un >10 a 70, preferentemente de un 15 a un 70% en peso de la solución de agente tensioactivo empleada.

3.-Procedimiento según la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque en la elaboración de mezclas de ácidos grasos cuyos contenidos en componentes NF se encuentra en un 0,8 a 4, preferentemente en la zona de un 1 a 3 % en peso, se extraen un

hsp.

386919



10 a 40, preferentemente un 15 a un 30% en peso de la solución de agente tensioactivo y se sustituye por agua o por solución acuosa conteniendo agente tensioactivo y/o electrolitos.

4.-Procedimiento según la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque en la elaboración de mezclas de ácido graso cuyos contenidos en componentes NF se encuentran en la zona de 4 a 15, se extraen de un 20 a un 70% en peso de la solución de agente tensioactivo se sustituye por agua o por solución acuosa conteniendo agente tensioactivo y/o electrolitos.

5.-Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el procedimiento se emplea en ácidos grasos de disociación sin destilar.

6.-Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque una mezcla de ácidos grasos sólidos y líquidos, que no se ha enfriado aún a la temperatura de separación y, en caso dado, ya ha sido dispersada en una cantidad parcial de solución acuosa de agente tensioactivo, se reúne con una fase acuosa conteniendo, en caso dado, agente tensioactivo y/o electrolitos, cuya temperatura se encuentran tanto por debajo de la temperatura del material de partida enfriado o bien de la dispersión concentrada obtenida de él, de manera que la dispersión terminada tenga la temperatura deseada.

7.-Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el procedimiento se emplea en una dispersión de partículas de ácido graso líquidas y sólidas, separadas entre sí en solución acuosa de agente tensioactivo que ha sido obtenida por calen-



386910

tamiento de las partículas de ácido graso sólidas, obtenidas por calentamiento de la suspensión obtenida en una separación anterior, con solución acuosa de agente tensioactivo.

8.-Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque como mínimo una de las dos fracciones de ácido graso que se obtienen, la de punto de fusión más bajo y/o la de punto de fusión más alto, se transforma en una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas, separadas entre sí, en solución acuosa de agente tensioactivo y de ésta se separa una fracción de ácido graso de punto de fusión más bajo y otra de punto de fusión más alto.

9.-Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la fracción de ácido graso de punto de fusión más bajo, que se obtiene como aceite, se transforma en una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas, separadas entre sí, de temperatura correspondiente baja y de ella se aísla una fracción de ácido graso de punto de fusión bajo y otra de punto de fusión alto.

10.-Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la fracción de punto de fusión alto, obtenida en la primera etapa, en caso dado junto con la solución acuosa de agente tensioactivo que aún está en contacto con ella, se transforma en una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas, separadas entre sí, en solución acuosa de agente tensioactivo de temperatura co-

[Handwritten signature]

386919



respondiente más elevada y de ella se aísla una fracción de ácido graso de punto de fusión bajo y otra de punto de fusión alto.

11.-Procedimiento según las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado porque la solución de agente tensioactivo empleada en una etapa de separación anterior, en la que antes o durante su empleo en esta etapa de separación se ha introducido fase acuosa fresca, es decir, solución fresca de agente tensioactivo y electrolito, también se emplea en una etapa de separación dispuesta a continuación.

12.-Procedimiento según las reivindicaciones 8 a 11, caracterizado porque la solución de agente tensioactivo empleada en una etapa de separación dispuesta a continuación se compone como mínimo en parte de una fase acuosa no empleada anteriormente para una separación.

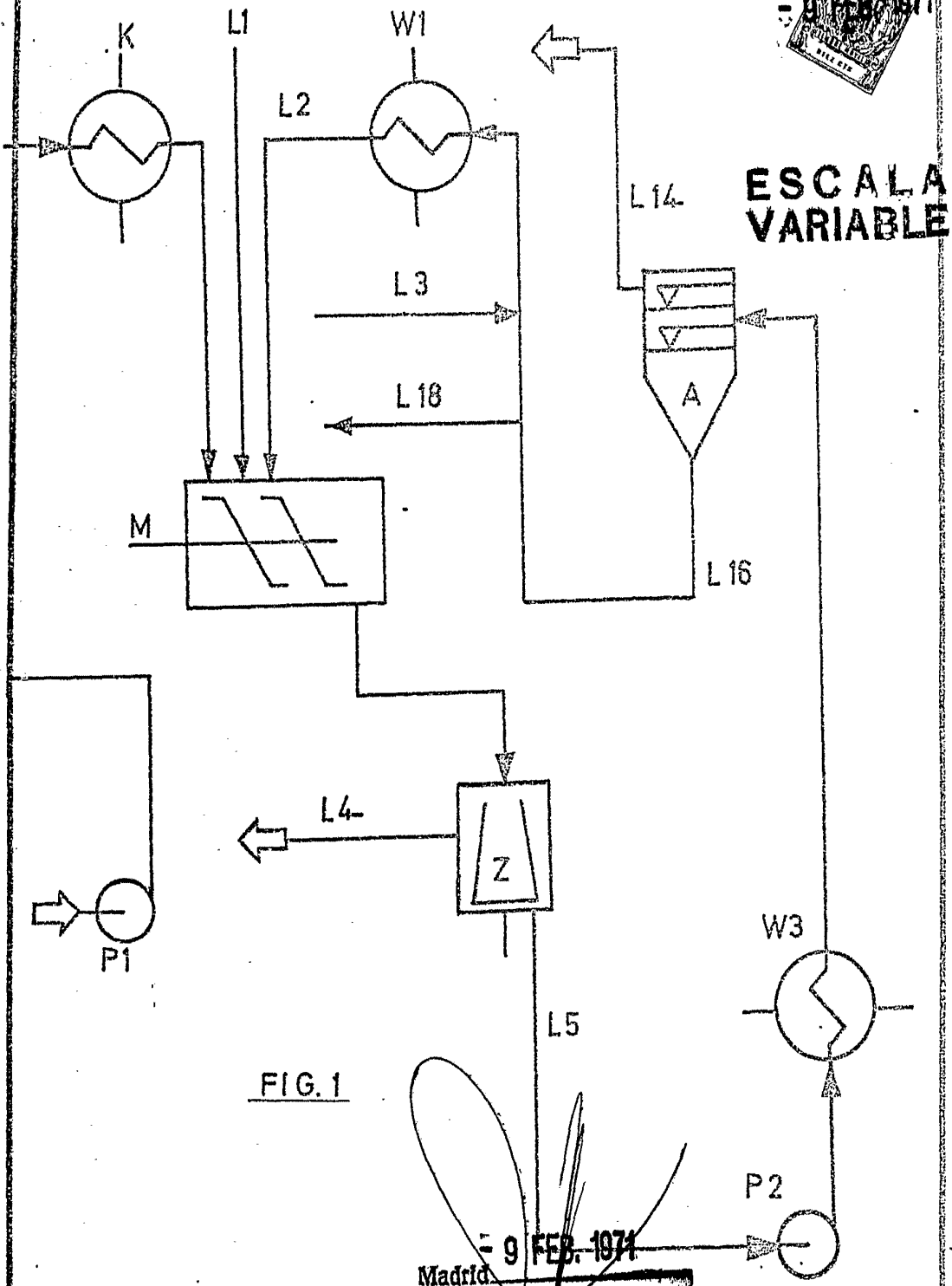
13.-Procedimiento según las reivindicaciones 8 a 12, caracterizado porque las fracciones líquidas o transformadas en estado líquido de ácido graso obtenido en una etapa de separación dispuesta a continuación se transforman en una dispersión de partículas de ácido graso sólidas y líquidas separadas entre sí, y a esto se agrega fase acuosa fresca.

14.-Procedimiento según las reivindicaciones 8 a 13, caracterizado porque se extrae una parte de la solución de agente tensioactivo, obtenida en una etapa de separación dispuesta a continuación, después de reunir con las correspondientes soluciones de agente tensioactivo obtenidas en otras etapas de separación.

15.-Procedimiento para la separación de mezclas de ácidos grasos., tal y como queda sustancialmente descrito en la presente

1/21

386919



ESCALA VARIABLE

FIG. 1

9 FEB. 1971
Madrid
J. GOMEZ REBO Y MODEY
c. de Madrid F. Hernández Rula

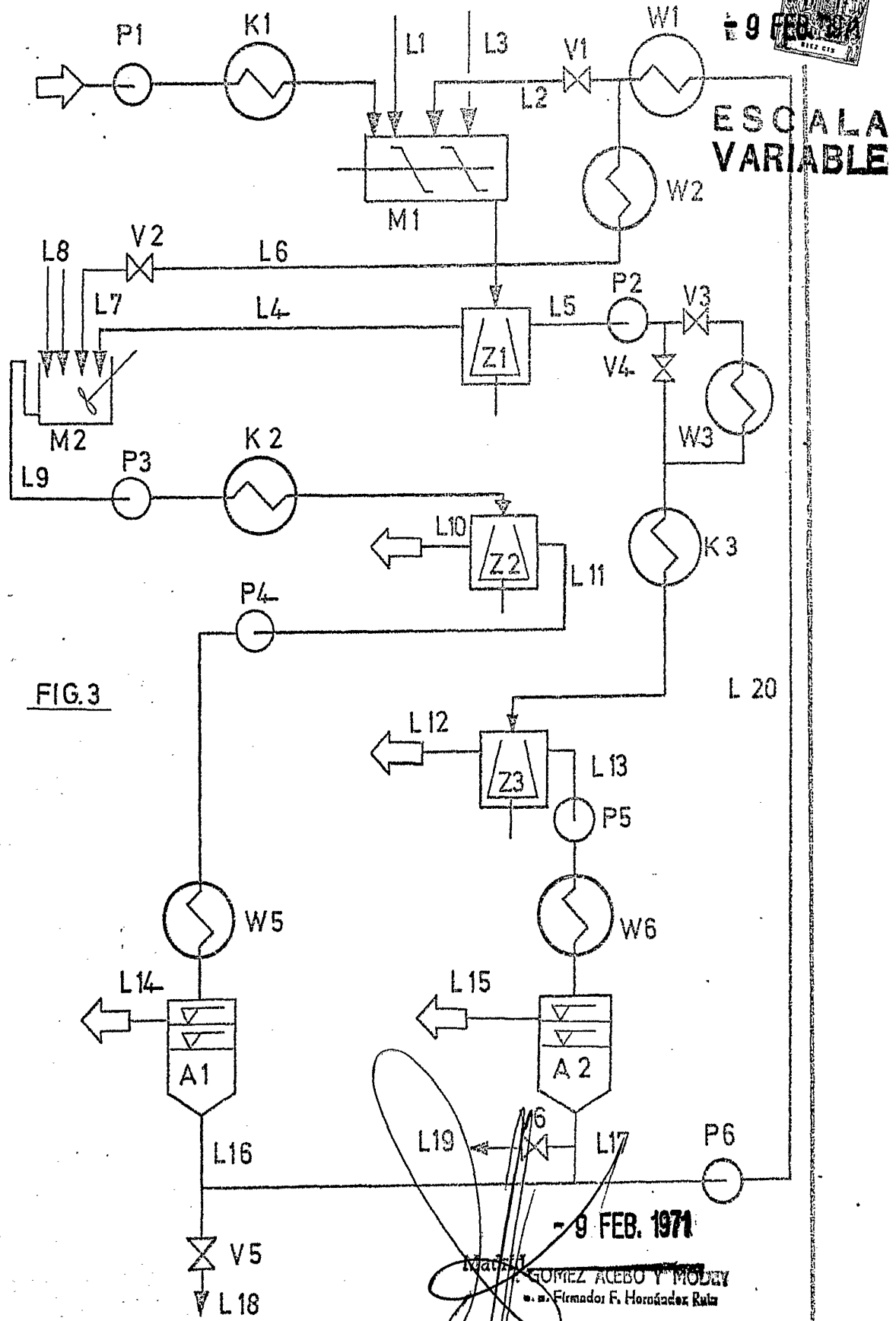


FIG. 3

ESCALA VARIABLE

9 FEB. 1971

GOMEZ ACEBO Y MOLLY
Firmador F. Horóndez Ruiz