

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 595 106**

51 Int. Cl.:

<b>C07C 67/52</b>	(2006.01)	<b>C07C 57/03</b>	(2006.01)
<b>C07C 67/54</b>	(2006.01)	<b>C07C 57/12</b>	(2006.01)
<b>C07C 69/24</b>	(2006.01)	<b>C11C 1/00</b>	(2006.01)
<b>C07C 69/533</b>	(2006.01)	<b>C11C 1/10</b>	(2006.01)
<b>C07C 69/58</b>	(2006.01)		
<b>C07C 69/587</b>	(2006.01)		
<b>C11C 3/00</b>	(2006.01)		
<b>C07C 51/43</b>	(2006.01)		
<b>C07C 51/44</b>	(2006.01)		
<b>C07C 53/126</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.09.2009** **E 09169430 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.07.2016** **EP 2172442**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la separación de ácidos carboxílicos y/o ésteres de ácidos carboxílicos**

30 Prioridad:  
**06.10.2008 EP 08165932**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**27.12.2016**

73 Titular/es:  
**SULZER CHEMTECH AG (100.0%)**  
**SULZER-ALLEE 48**  
**8404 WINTERTHUR, CH**

72 Inventor/es:  
**FÄSSLER, PETER y**  
**STEPANSKI, MANFRED**

74 Agente/Representante:  
**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 595 106 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para la separación de ácidos carboxílicos y/o ésteres de ácidos carboxílicos

5 La invención se refiere a un dispositivo para la separación de componentes de ácidos carboxílicos saturados e insaturados que comprende una destilación para la obtención de una fracción de componentes de ácidos carboxílicos insaturados.

10 El procedimiento según la invención puede utilizarse para el procesamiento de aceite de palma, aceite de colza, aceite de germen de trigo, aceite de soja, aceite de girasol, aceite de cacahuete, aceite de oliva, manteca de coco, grasa de coco, aceite de germen de maíz, así como aceites de judías, espárragos, tomates, zanahorias, ajo, col, nueces, cacahuetes, castañas u otras fuentes biógenas.

15 Las sustancias naturales de este tipo contienen, al igual que el crudo de petróleo, múltiples componentes de ácidos carboxílicos distintos, lo que a continuación se mostrará esquemáticamente mediante la composición de aceite de palma. Por componentes de ácidos carboxílicos se entenderá los propios ácidos carboxílicos, por ejemplo, un ácido graso, así como los ésteres de ácidos carboxílicos correspondientes, por ejemplo, ésteres metílicos de ácidos grasos, ésteres etílicos de ácidos grasos o ésteres isopropílicos. Un aceite de palma de este tipo está constituido esencialmente por componentes de ácidos carboxílicos, que están presentes en su mayor parte como ácidos grasos, y por glicerina. Los componentes de ácidos carboxílicos y la glicerina pueden separarse entre sí mediante un dispositivo de fraccionamiento a 280 °C y a una presión de 60 bar. Los ácidos grasos interesantes aquí a continuación, así como los ésteres metílicos de ácidos grasos correspondientes, están normalmente contenidos del siguiente modo en la corriente de producto del dispositivo de destilación anteriormente mencionado: el componente de bajo punto de ebullición C12 y C<12 con una proporción del 0,2 % en peso, C14 con una proporción del 1-2 % en peso, C16:0 con una proporción del 38-42 % en peso, C16:1 con una proporción del 0,1 % en peso, los componentes de punto de ebullición más elevado C18:3 con una proporción del 0,2 al 0,5 % en peso, C18:2 con una proporción del 7-9 % en peso, C18:1 con una proporción del 37-42 % en peso, C18:0 con una proporción del 4-6 % en peso, los componentes de punto de ebullición incluso más elevado C20 con una proporción del 0,2 % en peso, así como C>20 con una proporción del 2-12 % en peso. Como componentes de bajo punto de ebullición deberá entenderse posteriormente componentes de ácidos carboxílicos con hasta 16 átomos de carbono, es decir, preferiblemente ácidos carboxílicos o ésteres de ácidos carboxílicos, especialmente ácidos grasos con un punto de ebullición de hasta 215 °C a 10 Torr o ésteres de ácidos grasos correspondientes. Como componentes de punto de ebullición más elevado se designan componentes de ácidos carboxílicos con 18 átomos de carbono. Si los componentes de punto de ebullición más elevado son ácidos grasos, entre ellos se encuentran ácidos grasos saturados o insaturados con 18 átomos de carbono. De la misma forma, el término componentes de punto de ebullición más elevado puede referirse a los ésteres de ácidos grasos correspondientes, especialmente a ésteres metílicos de ácidos grasos. Los puntos de ebullición de estos ácidos grasos se encuentran a 10 Torr entre 220 y 230 °C. Como componentes de punto de ebullición incluso más elevado se designan componentes de ácidos carboxílicos con más de 18 átomos de carbono. En el caso de los componentes de punto de ebullición incluso más elevado de ácidos carboxílicos se trata de ácidos grasos saturados o insaturados, bajo este término se encuentran ácidos grasos saturados o insaturados con al menos 20 átomos de carbono, cuyos puntos de ebullición a 10 Torr se encuentran por encima de 230 °C. De la misma forma, el término componentes de punto de ebullición incluso más elevado puede referirse a los ésteres de ácidos grasos correspondientes, especialmente a ésteres metílicos de ácidos grasos.

45 Se sabe usar un dispositivo de destilación para degradar estos componentes de ácidos carboxílicos en una o varias columnas de destilación en uno o varios componentes de bajo punto de ebullición, uno o varios componentes de punto de ebullición más elevado, así como uno o varios componentes de punto de ebullición incluso más elevado. Véase para esto también los documentos US 4 365 079, EP 1 394 144, WO 03/038020, WO 00/56693, EP 1 484 309, US 2 847 000, WO 03/045891 y EP 0 675 100. En el ejemplo presente se trata de la separación de C12 y componentes de ácidos carboxílicos con C<12, es decir, componentes de ácidos carboxílicos con menos de 12 átomos de carbono en su fórmula empírica, así como C14, C16:0, C16:1 de los componentes de punto de ebullición más elevado C18:0, C18:1, C18:2, así como C18:3 y los componentes de punto de ebullición incluso más elevado que comprenden ácidos carboxílicos con más de 18 átomos de carbono, es decir, especialmente C20 y componentes de ácidos carboxílicos con más de 20 átomos de carbono en su fórmula empírica, designados a continuación C>20. Los añadidos introducidos en la fórmula abreviada anteriormente citada ":0" o ":1" o ":2" representan el número de dobles enlaces C-C en la fórmula empírica del componente de ácido carboxílico correspondiente. ":0" significa, por lo tanto, que no están presentes dobles enlaces en la fórmula empírica, es decir, se trata de un componente de ácidos carboxílicos saturados. ":1" muestra que está presente un doble enlace en la fórmula empírica, es decir, se trata de un componente de ácidos carboxílicos insaturados sencillo. Rige correspondientemente para componentes de ácidos carboxílicos di y poli-insaturados.

65 Otra separación de los componentes de punto de ebullición más elevado en componentes de ácidos carboxílicos saturados, es decir, especialmente C18:0 y componentes de ácidos carboxílicos insaturados, es decir, especialmente C18:1, C18:2, así como C18:3, entre sí no es prácticamente posible mediante destilación, ya que los puntos de ebullición de los componentes de ácidos carboxílicos previamente mencionados se encuentran, por una

parte, muy próximos entre sí y, por otra parte, puede tener lugar una descomposición al menos parcial de los componentes de ácidos carboxílicos a temperaturas de la caldera demasiado altas. El punto de condensación del ácido oleico C18:1 con la fórmula empírica  $C_{17}H_{33}COOH$ , un ácido graso sin ramificar monoinsaturado, se encuentra en 229 °C. El punto de condensación del ácido linoleico C18:2 con la fórmula empírica  $C_{17}H_{31}COOH$ , un ácido graso sin ramificar di-insaturado, se encuentra en 230 °C. El punto de condensación del ácido linolénico C18:3 con la fórmula empírica  $C_{17}H_{29}COOH$ , un ácido graso sin ramificar tri-insaturado, se encuentra en 232 °C. Debido a que especialmente los ácidos grasos insaturados se descomponen térmicamente fácilmente, la destilación debe realizarse a vacío con un alto número de etapas de separación, lo que es técnicamente extraordinariamente laborioso. Otras soluciones como, por ejemplo, la extracción, no han demostrado ser rentables hasta la fecha.

A partir de este estado de la técnica es, por lo tanto, un objetivo de invención proponer una instalación y un procedimiento con el que separar más adelante componentes de ácidos carboxílicos que ya no pueden separarse más por destilación debido a las realizaciones anteriores -al menos de forma practicable-, de manera que también puedan separarse en fracciones de producto individuales componentes de ácidos carboxílicos con puntos de ebullición muy similares.

Otro objetivo de la invención consiste en separar entre sí los componentes de ácidos carboxílicos sin la adición de disolventes.

Estos objetivos se alcanzan mediante una instalación para la separación de componentes de ácidos carboxílicos, que comprende un dispositivo de destilación, en la que los componentes de ácidos carboxílicos pueden descomponerse en un componente de bajo punto de ebullición, un componente de punto de ebullición más elevado y un componente de punto de ebullición incluso más elevado, en la que el componente de punto de ebullición más elevado comprende ácidos grasos saturados o insaturados con 18 átomos de carbono, cuyo punto de ebullición a 10 Torr se encuentra entre 220 y 230 °C, y en la que el componente de punto de ebullición incluso más elevado presenta más de 18 átomos de carbono y ácidos grasos saturados o insaturados con al menos 20 átomos de carbono, cuyos puntos de ebullición a 10 Torr se encuentran por encima de 230 °C, en la que el dispositivo de destilación está conectado después de un dispositivo de cristalización para la separación del componente de punto de ebullición más elevado en componentes de ácidos carboxílicos saturados e insaturados, en la que el dispositivo de cristalización está configurado como un dispositivo de cristalización en capas, en la que el dispositivo de cristalización en capas contiene superficies de cristalización perpendiculares o inclinadas para la formación de un cristalizado de componentes de ácidos carboxílicos saturados de alto punto de fusión, y en la que las superficies de cristalización perpendiculares o inclinadas están dispuestas a una distancia la una con respecto a la otra, de manera que pueda evacuarse un licor madre de componentes de ácidos carboxílicos insaturados de bajo punto de fusión, en la que entre superficies de cristalización contiguas está provista una estructura de soporte tipo tamiz permeable para el licor madre líquido, en la que aguas arriba del dispositivo de destilación y del dispositivo de cristalización está dispuesto un dispositivo de esterificación, y en la que el dispositivo de esterificación comprende un reactor que contiene un catalizador heterogéneo.

Es otro objeto de la presente invención un procedimiento para la separación de componentes de ácidos carboxílicos, que comprende un dispositivo de destilación en el que en una primera etapa los componentes de ácidos carboxílicos se descomponen en un componente de bajo punto de ebullición, un componente de punto de ebullición más elevado y un componente de punto de ebullición incluso más elevado, en el que el componente de punto de ebullición más elevado comprende ácidos grasos saturados o insaturados con 18 átomos de carbono cuyo punto de ebullición a 10 Torr se encuentra entre 220 y 230 °C, y en el que el componente de punto de ebullición incluso más elevado presenta más de 18 átomos de carbono y ácidos grasos saturados o insaturados con al menos 20 átomos de carbono, cuyos puntos de ebullición a 10 Torr se encuentran por encima de 230 °C, en una instalación previamente descrita, en una segunda etapa el componente de punto de ebullición más elevado se introduce a un dispositivo de cristalización en capas y en una tercera etapa el componente de punto de ebullición más elevado se separa en el dispositivo de cristalización en capas en un cristalizado, que contiene componentes de ácidos carboxílicos saturados, y en un licor madre, que contiene componentes de ácidos carboxílicos esencialmente insaturados.

El dispositivo de cristalización está configurado como un dispositivo de cristalización en capas, que tiene la ventaja especial de que la cristalización puede realizarse sin la adición de disolventes. Un dispositivo de cristalización de este tipo para la purificación de parafinas, aceites, grasas y ceras se da a conocer, por ejemplo, en el documento EP 0 891 798. Según la invención, el dispositivo de cristalización en capas contiene superficies de cristalización perpendiculares o inclinadas para la formación de un cristalizado de componentes de ácidos carboxílicos saturados de bajo punto de fusión. Estas superficies de cristalización perpendiculares o inclinadas están dispuestas a una distancia la una con respecto a la otra, de manera que pueda evacuarse un licor madre de componentes de ácidos carboxílicos insaturados de punto de fusión más elevado, en el que entre superficies de cristalización contiguas está provista una estructura de soporte tipo tamiz permeable para el licor madre líquido.

Antes del dispositivo de destilación y del dispositivo de cristalización está dispuesto un dispositivo de esterificación. La realización de una esterificación en este dispositivo de esterificación tiene la ventaja especial de que puede reducirse la temperatura de operación máxima en la columna de destilación. Una reducción de la temperatura de operación tiene la ventaja de que térmicamente solo pueden separarse componentes de ácidos carboxílicos

limitadamente estables sin el riesgo de degradación en el dispositivo de destilación.

El dispositivo de esterificación comprende preferiblemente un reactor que contiene un catalizador heterogéneo. El uso de un catalizador heterogéneo que está presente en la fase sólida tiene la ventaja de que el catalizador puede intercambiarse fácilmente y puede realizarse sin problemas una separación de la fase líquida.

El procedimiento para la separación de componentes de ácidos carboxílicos comprende un dispositivo de destilación en el que en una primera etapa los componentes de ácidos carboxílicos se descomponen en un componente de bajo punto de ebullición, un componente de punto de ebullición más elevado y un componente de punto de ebullición incluso más elevado, en una segunda etapa el componente de punto de ebullición más elevado se introduce a un dispositivo de cristalización y en una tercera etapa el componente de punto de ebullición más elevado en el dispositivo de cristalización se separa en un cristalizado, que contiene componentes de ácidos carboxílicos esencialmente saturados, y en un licor madre, que contiene componentes de ácidos carboxílicos esencialmente insaturados.

Los componentes de ácidos carboxílicos se convierten en un dispositivo de esterificación al menos parcialmente en ésteres de ácidos carboxílicos, en el que el dispositivo de esterificación es operado especialmente mediante catálisis heterogénea. El componente de bajo punto de ebullición puede comprender una mezcla de varios componentes de ácidos carboxílicos con número diferente de átomos de carbono. Una primera parte de la mezcla de componente de bajo punto de ebullición se extrae como producto de cabeza en una primera columna de destilación, una segunda parte de la mezcla del componente de bajo punto de ebullición, así como el componente de punto de ebullición más elevado y el componente de punto de ebullición incluso más elevado, se acumula como producto de caldera de la primera columna de destilación, en el que el producto de caldera de la primera columna de destilación se introduce a una segunda columna de destilación. En la segunda columna de destilación, la segunda parte de la mezcla del componente de bajo punto de ebullición se extrae como producto de cabeza, en el que el componente de punto de ebullición más elevado y el componente de punto de ebullición incluso más elevado se acumula como producto de caldera de la segunda columna de destilación. El producto de caldera de la segunda columna de destilación se introduce a una tercera columna de destilación, en la que el componente de punto de ebullición más elevado se introduce como producto de cabeza de la tercera columna de destilación al dispositivo de cristalización, así como el componente de punto de ebullición incluso más elevado se extrae como producto de caldera de la tercera columna de destilación.

A continuación se explica más detalladamente la invención tanto desde el punto de vista de aparatos como también de la ingeniería de procesos mediante ejemplos de realización especialmente preferidos y mediante las siguientes figuras. Muestran parcialmente en representación esquemática

Fig. 1: un primer ejemplo de realización de una instalación para la realización del procedimiento según la invención

Fig. 2: un segundo ejemplo de realización de una instalación para la realización del procedimiento según la invención

Fig. 3: un detalle referente a la esterificación según la Fig. 2

Fig. 4: un tercer ejemplo de realización de una instalación para la realización del procedimiento según la invención

Fig. 5: una vista de un dispositivo de cristalización

Fig. 6: una vista a través del dispositivo de cristalización según la Fig. 5

Fig. 7: un detalle del dispositivo de cristalización según la Fig. 5 o la Fig. 6

Fig. 8: un detalle del dispositivo de cristalización según la Fig. 5 o la Fig. 6

Fig. 9-12: una representación de distintos estadios de la cristalización, y

Fig. 13: una modificación del dispositivo de cristalización.

La instalación representada en la Fig. 1 para la separación de componentes de ácidos carboxílicos parte de una mezcla de entrada 4 que contiene los componentes de ácidos carboxílicos. Los componentes de ácidos carboxílicos pueden obtenerse a partir de ácidos carboxílicos de origen vegetal o animal. Los componentes de ácidos carboxílicos pueden obtenerse especialmente como destilado de una separación de un aceite, por ejemplo, de un aceite de palma, y se procesan más adelante mediante un dispositivo de destilación, que comprende una o varias columnas de destilación (1, 2, 3). En el dispositivo de destilación previamente mencionado, el componente de bajo punto de ebullición se separa de los componentes de punto de ebullición más elevado y de los componentes de

punto de ebullición incluso más elevado. La separación puede transcurrir en instalaciones más grandes en varias columnas de destilación, por lo tanto, la tarea de separación se descompone en varias etapas parciales.

5 En la Fig. 1, en una primera columna de destilación 1 se separa una primera parte del componente de bajo punto de ebullición, concretamente especialmente C12, C14 y proporciones eventuales de C<12 como producto de cabeza 5. En una segunda columna de destilación 2 se separa una segunda parte del componente de bajo punto de ebullición, C16, como producto de cabeza 6. El producto de caldera 7 de la columna de destilación 1 contiene la segunda parte del componente de bajo punto de ebullición, así como los componentes de punto de ebullición más elevado y componentes de punto de ebullición incluso más elevado, especialmente componentes de ácidos carboxílicos con un número de átomos de carbono a partir de C16.

15 Normalmente, en la caldera de la primera columna de destilación 1 reina una temperatura de como máximo 195 °C y una presión de como máximo 2 bar. La primera columna de destilación 1 está configurada de manera ventajosa como una columna rellena. En una forma de realización especialmente preferida, la primera columna de destilación 1 contiene rellenos estructurados con estructura de canales cruzados como se describe, por ejemplo, en los documentos US4455339 o US3785620.

20 Según la Fig. 1, la segunda parte del componente de bajo punto de ebullición se obtiene como producto de cabeza 6 de la segunda columna de destilación 2. El producto de caldera 8 de la segunda columna de destilación 2 contiene todos los componentes de punto de ebullición más elevado, especialmente los componentes de ácidos carboxílicos con 18 átomos de carbono, es decir, C18:0, C18:1, C18:2, C18:3, así como los componentes de punto de ebullición incluso más elevado a partir de C20. Normalmente, en la caldera de la segunda columna de destilación 2 se aplica en operación una temperatura de como máximo 220 °C y una presión de como máximo 1,5 bar. La segunda columna de destilación 2 está configurada de manera ventajosa como columna rellena. En una forma de realización especialmente preferida, la segunda columna de destilación 2 contiene rellenos estructurados con estructura de canales cruzados como se ha descrito arriba en relación con la primera columna de destilación 1.

30 Evidentemente, la primera y la segunda parte del componente de bajo punto de ebullición también pueden extraerse como corrientes parciales en diferentes sitios de la misma columna de destilación y los componentes de punto de ebullición más elevado se extraen como una corriente parcial adicional, así como los componentes de punto de ebullición incluso más elevado se extraen como producto de caldera de esta columna de destilación, lo que no está representado en las figuras. También es posible introducir los componentes de punto de ebullición más elevado y de punto de ebullición incluso más elevado como producto de caldera de esta columna de destilación a otra columna de destilación, que se corresponde con la tercera columna de destilación 3 descrita a continuación.

35 En la tercera columna de destilación 3, los componentes de punto de ebullición más elevado se separan de los componentes de punto de ebullición incluso más elevado, es decir, especialmente los componentes de ácidos carboxílicos con más de 20 átomos de carbono. Los componentes de punto de ebullición incluso más elevado se extraen como producto de caldera 10 de la tercera columna de destilación 3.

40 En función de la procedencia de la corriente de entrada, estos componentes de punto de ebullición incluso más elevado pueden todavía contener sustancias valiosas. Estas sustancias valiosas pueden aislarse a continuación en las siguientes etapas de proceso, por ejemplo, para la obtención de vitamina E.

45 El producto de cabeza 9 de la tercera columna de destilación 3 se alimenta en el dispositivo de cristalización 11. Este producto de cabeza contiene los componentes de punto de ebullición más elevado, es decir, especialmente componentes de ácidos carboxílicos con 18 átomos de carbono, que preferiblemente contienen un componente de ácidos carboxílicos saturados, es decir, especialmente C18:0, así como al menos uno de los componentes de ácidos carboxílicos insaturados, es decir, especialmente C18:1, C18:2, así como C18:3, que se separan mediante el dispositivo de cristalización en los componentes de ácidos carboxílicos saturados y los componentes de ácidos carboxílicos insaturados. Opcionalmente pueden preverse más etapas de purificación para el licor madre, es decir, los componentes de ácidos carboxílicos insaturados, así como para el cristalizado, que contiene principalmente los componentes de ácidos carboxílicos saturados. Aquí se realiza una purificación mediante arrastre de la fase líquida.

55 En la Fig. 1 se muestra además un separador 71 para el licor madre 70, así como un separador 81 para el cristalizado 80. El cristalizado 80 puede todavía contener trazas de los componentes de ácidos carboxílicos insaturados. Para separar estas trazas de los componentes de ácidos carboxílicos insaturados y aislar los componentes de ácidos carboxílicos saturados, el cristalizado 80 se proporciona a la zona de cabeza del separador 81. El separador 81 opera con un medio de arrastre, especialmente con acetona, en la que se enriquecen los componentes de ácidos carboxílicos insaturados que normalmente son de bajo punto de ebullición. Una corriente 82, que contiene el medio de arrastre, así como los componentes de ácidos carboxílicos insaturados, se recircula desde la cabeza del separador 81 al dispositivo de cristalización 11. El licor madre 70 puede separarse en el separador 71 del medio de arrastre de bajo punto de ebullición, por ejemplo, mediante destilación. El medio de arrastre se obtiene como producto de cabeza de esta columna y también se recircula en el dispositivo de cristalización 11. En la representación según la Fig. 1, el producto de cabeza del separador 71 se introduce a la corriente 82 que contienen el medio de arrastre.

La Fig. 2 muestra una segunda variante del procedimiento, según la que los componentes de ácidos carboxílicos se introducen a la separación destilativa para la realización de una esterificación de un dispositivo de esterificación 101. La esterificación requiere la adición de un alcohol, por ejemplo, metanol, para convertir los componentes de ácidos carboxílicos correspondientes en el o los ésteres de ácidos carboxílicos correspondientes. La esterificación puede realizarse, por ejemplo, mediante un procedimiento según el documento US 7 091 367 B2. El procedimiento se realiza según la Fig. 2 en una columna de destilación que contiene un relleno que es adecuado para la realización de una catálisis heterogénea. Como productos de reacción de la catálisis heterogénea se obtienen ésteres de ácidos carboxílicos, especialmente ésteres metílicos de ácidos carboxílicos. La ventaja de la conversión de los componentes de ácidos carboxílicos en los ésteres de ácidos carboxílicos se encuentra en el punto de ebullición más bajo de en promedio 20 °C de los ésteres de ácidos carboxílicos, en comparación con el punto de ebullición de los componentes de ácidos carboxílicos correspondientes de la mezcla de entrada.

En la representación según la Fig. 2, en el caso del dispositivo de esterificación 101 se trata de un aparato de contacto en el que los componentes de ácidos carboxílicos 102, es decir, especialmente los ácidos grasos, se ponen en contacto con un alcohol 103. En el aparato de contacto se encuentran accesorios interiores sobre cuya superficie reaccionan entre sí los componentes de ácidos carboxílicos y el alcohol. El catalizador está dispuesto especialmente en un reactor de lecho fijo, por ejemplo, en un tubo, que está relleno del catalizador. Según una variante, también puede utilizarse una catálisis homogénea, es decir, en este caso el catalizador está presente en la fase líquida. Se logra una buena mezcla en este caso, por ejemplo, en un tanque con agitación. Los productos de reacción 104 de la esterificación se introducen a una columna de destilación 111 para la separación del exceso de alcohol. En el caso de los productos de reacción se trata, en el uso de metanol como ejemplo, de un alcohol 103, esencialmente de ésteres de ácidos carboxílicos, especialmente ésteres metílicos de ácidos carboxílicos, en el caso de uso de una mezcla de entrada de ácidos grasos de los ésteres metílicos de ácidos grasos correspondientes. La columna de destilación 111 está configurada de manera ventajosa como una columna de relleno. Los ésteres de ácidos carboxílicos de punto de ebullición más elevado se extraen como producto de caldera 112, el alcohol, aquí metanol 113, se extrae como producto de cabeza. Para el metanol puede ser necesaria otra purificación cuando esté presente una proporción demasiado alta de fase acuosa y el metanol se introduzca de nuevo al dispositivo de esterificación.

En la Fig. 2 se representa esta etapa de purificación que se realiza en una columna de destilación 121. La columna de destilación para la separación de la fase acuosa 122 del metanol que puede extraerse como producto de cabeza 123 también está configurada de manera ventajosa como columna de relleno. La mezcla de ésteres de ácidos carboxílicos se trata entonces posteriormente de manera similar, como se ha descrito en relación con la Fig. 1 para los componentes de ácidos carboxílicos.

En la separación de los ésteres de ácidos carboxílicos, es decir, especialmente ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME), se parte de una mezcla de entrada que contiene ésteres de ácidos carboxílicos, especialmente los ésteres metílicos de los ácidos grasos C12, C14, C16, C18:0, C18:1, C18:2, así como C18:3. Para simplificación, a continuación se usará para el éster metílico de ácido graso la abreviatura FAME (de fatty acid methyl ester).

En un dispositivo de destilación, que según la Fig. 2 comprende las columnas de destilación 131, 141, 151, se separan el componente de bajo punto de ebullición, es decir, especialmente los FAME de los ácidos grasos C12, C14, C16 de los componentes de punto de ebullición más elevado, es decir, especialmente el FAME C18, es decir C18:0, C18:1, C18:2, así como C18:3 y los componentes de punto de ebullición incluso más elevado, es decir, especialmente el FAME con más de 18 átomos de carbono. Evidentemente, el dispositivo de destilación también es adecuado para otros ésteres de ácidos carboxílicos, sin embargo, posteriormente se describirá en detalle de forma representativa para la clase de los ésteres de ácidos carboxílicos la aplicación a los ésteres metílicos de ácidos grasos (fatty acid methyl esters o abreviados FAME) especialmente preferidos. El dispositivo de destilación comprende una primera columna de destilación 131 para separar una primera parte del componente de bajo punto de ebullición, concretamente C12, así como C14, y FAME eventuales con C>12 como producto de cabeza 133. El producto de caldera 132 de la primera columna de destilación 131 contiene la segunda parte del componente de bajo punto de ebullición, concretamente los FAME C16, así como el componente de punto de ebullición más elevado el FAME y el componente de punto de ebullición incluso más elevado el FAME. En una segunda columna de destilación 141 se separa la segunda parte del componente de bajo punto de ebullición, especialmente el FAME C16 como producto de cabeza 143, del producto de caldera 132, que contiene los componentes de punto de ebullición más elevado y de punto de ebullición incluso más elevado. Normalmente, en la caldera de la primera columna de destilación 131 se encuentra una temperatura de como máximo 175 °C y una presión de como máximo 2 bar. La primera columna de destilación 131 está configurada de manera ventajosa como columna rellena. En una forma de realización especialmente preferida, la primera columna de destilación contiene un relleno estructurado con estructura de canales cruzados, como se describe, por ejemplo, en los documentos US4455339 o US3785620.

Según la Fig. 2, la segunda parte del componente de bajo punto de ebullición se obtiene como producto de cabeza 143 de una segunda columna de destilación 141. El producto de caldera 142 contiene el componente de punto de ebullición más elevado, así como el componente de punto de ebullición incluso más elevado. En la caldera de la segunda columna de destilación 141 está presente una temperatura de como máximo 200 °C y una presión de como

máximo 1,25 bar. La segunda columna de destilación 141 está configurada de manera ventajosa como columna rellena. En una forma de realización especialmente preferida, la segunda columna de destilación 141 contiene rellenos estructurados con estructura de canales cruzados, como se ha descrito arriba en relación con la primera columna de destilación 131.

5 Evidentemente, los productos de cabeza 133 y 143 también pueden extraerse como corrientes parciales en diferentes sitios de la misma columna de destilación, lo que no está representado gráficamente.

10 En una tercera columna de destilación 151, los componentes de punto de ebullición más elevado se separan de los componentes de punto de ebullición incluso más elevado. Los componentes de punto de ebullición incluso más elevado se extraen como producto de caldera 152 de la tercera columna de destilación. En función de la procedencia de la corriente de entrada, el componente de punto de ebullición incluso más elevado puede aislarse en etapas de proceso adicionales dando sustancias útiles, por ejemplo, para la obtención de vitamina E. El producto de cabeza 153 de la tercera columna de destilación 151 se alimenta en el dispositivo de cristalización 11. Este producto de cabeza 153 contiene el componente de punto de ebullición más elevado que contiene especialmente los FAME de los componentes de ácidos carboxílicos C18:0, C18:1, C18:2, así como C18:3, que se separan mediante cristalización en los componentes de ácidos carboxílicos saturados, especialmente los FAME de los componentes de ácidos carboxílicos C18:0 y los componentes de ácidos carboxílicos insaturados, especialmente los FAME de C18:1, C18:2, así como C18:3. Opcionalmente, pueden preverse más etapas de purificación para el licor madre, es decir, los componentes de ácidos carboxílicos insaturados, así como para el cristalizado que contiene principalmente los componentes de ácidos carboxílicos saturados, como ya se ha descrito en la Fig. 1, pero aquí no se ha representado más detalladamente.

25 La Fig. 3 muestra una instalación para la preparación de FAME mediante esterificación de una corriente de entrada que contiene ácidos grasos 160. Esta corriente de entrada 160 se introduce a un reactor conjuntamente con una corriente 161 que contiene un alcohol. El alcohol de la corriente 161 puede comprender especialmente un monoalcohol C1-C10 lineal o ramificado como, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, así como sus isómeros, también iso-propanol o 2-etilhexanol, o di- o tri-alcanoles C2-C5, como glicerina, etanodiol, 1,2 propanodiol, 1,3-propanodiol, butanodiol, pentanodiol, sus isómeros, así como sus semiésteres. La corriente de entrada 160, así como la corriente 161 que contiene el alcohol, se separan o se introducen conjuntamente a un reactor, que en la Fig. 3 está constituido por dos columnas de relleno 171, 181 conectadas en serie. Los rellenos contienen un catalizador que está presente o bien como catalizador homogéneo en solución o bien se incorpora como catalizador heterogéneo como sólido sobre el relleno o en un tubo. En la catálisis heterogénea se utilizan con especial preferencia reactores de lecho fijo. Como catalizadores pueden usarse intercambiadores aniónicos o catiónicos básicos o ácidos de base orgánica o inorgánica. Alternativamente pueden usarse arcillas ácidas, zeolitas, tierras decolorantes, catalizadores basados en óxidos de metales de transición, como TiO<sub>2</sub> o ZrO<sub>2</sub>, o polisiloxanos organofuncionales. La corriente de producto 182 comprende, por lo tanto, el exceso de alcohol, agua, los FAME, así como tocoferoles y glicéridos. La corriente de producto 182 se incorpora en la columna de destilación 111, en la que se separan los FAME de bajo punto de ebullición, alcoholes y agua de los FAME de alto punto de ebullición, tocoferoles y glicéridos. La columna de destilación 111 está configurada de forma igual o correspondientemente a la columna de destilación representada en la Fig. 2, por lo tanto también provista con los mismos números de referencia. Adicionalmente, en la Fig. 3 se muestra además que el producto de caldera 112 se conduce por un intercambiador de calor 114 para precalentar la corriente de producto de FAME 182, mediante lo cual se hace posible una conducción de proceso que ahorra energía.

45 La Fig. 4 muestra un procedimiento en el que como mezcla de entrada 200 se usa un biodiésel. Esta mezcla de entrada 200 contiene componentes de ácidos carboxílicos como la mezcla de entrada 1 según la Fig. 1, es decir, ácidos carboxílicos, así como también ésteres de ácidos carboxílicos como la mezcla de entrada 112 de la Fig. 2. En el caso de los ácidos carboxílicos se trata especialmente de ácidos grasos y de los ésteres de ácidos carboxílicos especialmente de ésteres metílicos de ácidos grasos. Las etapas de destilación se corresponden, por lo tanto, con las etapas de destilación mostradas en la Fig. 1, así como la Fig. 2. Una primera columna de destilación 201 se corresponde con la primera columna de destilación 1 o 131 (véase la Fig. 1 y la Fig. 2), para separar una primera parte de la mezcla de componentes de bajo punto de ebullición, que contiene especialmente C12, así como C14 y eventualmente ácidos grasos de bajo punto de ebullición y/o FAME, como producto de cabeza 203 (se corresponde con la corriente 5, 133). El producto de caldera 202 (se corresponde con la corriente 7 o 132) de la columna de destilación 201 contiene la segunda parte de la mezcla de componentes de bajo punto de ebullición, los ácidos grasos y/o FAME C16, así como los componentes de punto de ebullición más elevado, especialmente ácidos grasos o/y FAME con 18 átomos de carbono, es decir, los ácidos grasos saturados e insaturados C18:0, C18:1, C18:2, C18:3, así como los componentes de punto de ebullición incluso más elevado, especialmente los ácidos grasos y/o FAME con más de 18 átomos de carbono, es decir C>18. En una segunda columna de destilación 211 (se corresponde con la columna de destilación 2 o 141) se separa la segunda parte de la mezcla de componentes de bajo punto de ebullición como producto de cabeza 213 (se corresponde con la corriente 6, 143) de los restantes componentes del producto de caldera 212 (se corresponde con la corriente 8, 142). Normalmente, la temperatura en la caldera de la primera columna de destilación se encuentra en como máximo 175 °C y la presión en como máximo 2 bar. La primera columna de destilación 201 está configurada de manera ventajosa como columna rellena, como se ha descrito previamente.

Según la Fig. 4, la segunda parte de la mezcla de componentes de bajo punto de ebullición se obtiene como producto de cabeza 213 de la columna de destilación 211. El producto de caldera 212 contiene los componentes de punto de ebullición más elevado y de punto de ebullición incluso más elevado. Normalmente, la temperatura en la caldera de la segunda columna de destilación 211 se encuentra en como máximo 200 °C y la presión en como máximo 1,25 bar. La segunda columna de destilación 211 está configurada de manera ventajosa como columna rellena. En una forma de realización especialmente preferida, la segunda columna de destilación contiene rellenos estructurados con estructura de canales cruzados, como se ha descrito arriba en relación con la primera columna de destilación. Evidentemente, los dos productos de cabeza 203 y 213 también pueden extraerse como corrientes parciales en diferentes sitios de la misma columna de destilación, lo que no está representado gráficamente.

En la tercera columna de destilación 221 (se corresponde con la columna de destilación 3, 151) se separan el componente de punto de ebullición más elevado del componente de punto de ebullición incluso más elevado. El componente de punto de ebullición incluso más elevado se extrae como producto de caldera 222 (se corresponde con la corriente 10, 152) de la tercera columna de destilación. En función de la procedencia de la corriente de entrada, el componente de punto de ebullición incluso más elevado puede aislarse en etapas de proceso adicionales dando sustancias útiles, por ejemplo, para la obtención de vitamina E. El producto de cabeza 223 (se corresponde con la corriente 9, 153) de la tercera columna de destilación 221 se alimenta en el dispositivo de cristalización 11. Este producto de cabeza 223 contiene componente de punto de ebullición más elevado, que mediante cristalización separa un componente de ácidos carboxílicos saturados, especialmente en los FAME o/y el ácido graso saturado C18:0 y un componente de ácidos carboxílicos insaturados, especialmente en los FAME o/y los ácidos grasos insaturados C18:1, C18:2, así como C18:3.

La Fig. 5 muestra una vista de un dispositivo de cristalización para la separación de componentes de ácidos carboxílicos saturados e insaturados. El dispositivo de cristalización 11 presenta un recipiente 13 para la recogida de la masa fundida que contiene los componentes de ácidos carboxílicos, es decir, el producto del dispositivo de destilación, concretamente el componente de punto de ebullición más elevado, especialmente un ácido graso y/o un éster metílico de ácido graso como componentes de ácidos carboxílicos saturados, especialmente como C18:0 o como componentes de ácidos carboxílicos insaturados, especialmente como C18:1, C18:2, C18:3. En este recipiente 13 están dispuestos elementos de pared 15 que presentan una distancia el uno con respecto al otro. Los elementos de pared 15 contienen canales cerrados 17 para la circulación de un medio de acondicionamiento térmico. Mediante la circulación del medio de acondicionamiento térmico en el interior de los canales cerrados 17 puede calentarse o refrigerarse opcionalmente cada elemento de pared 15. Los canales cerrados desembocan en un distribuidor 19 y un colector 20 que sirven para la distribución del medio de acondicionamiento térmico sobre los canales 17 individuales o para la recocida del medio de acondicionamiento de los canales individuales. Los espacios 16 entre los elementos de pared 15 están llenos de masa fundida en la operación, que contiene los componentes de ácidos carboxílicos que van a separarse. La masa fundida se distribuye mediante entradas 21, que desembocan en los elementos distribuidores de entrada 22, por la totalidad de los elementos de pared, de manera que los elementos de pared 15 están rodeados completamente por masa fundida. Después de llenar el dispositivo de cristalización 11 con masa fundida, el medio de acondicionamiento térmico se conduce como refrigerante por los canales 17, por lo que se refrigeran los elementos de pared 15. Sobre los elementos de pared 15 cristaliza la masa fundida dando una capa de cristalizado que aumenta continuamente en su espesor. Debido a los diferentes puntos de fusión de los componentes de ácidos carboxílicos individuales en la masa fundida, la capa de cristalizado contiene una mayor proporción de componentes de ácidos carboxílicos de alto punto de fusión. Los componentes de ácidos carboxílicos con los puntos de fusión más elevados se depositan al principio sobre las superficies de cristalización 39 de los elementos de pared 15, es decir, se enriquecen en las capas próximas a la pared. Si la masa fundida se enfría más, también empiezan a separarse por cristalización componentes de ácidos carboxílicos con puntos de fusión algo más bajos. Una gran parte de los componentes de ácidos carboxílicos del punto de fusión más bajo permanece en la fase líquida y salen por desagües que se encuentran en la zona de fondo 24 del dispositivo de cristalización 11. La fase líquida también se denomina licor madre. Si deben separarse entre sí componentes de ácidos carboxílicos saturados e insaturados, los componentes de ácidos carboxílicos insaturados que funden a la temperatura más baja se enriquecen en el licor madre. El licor madre contiene en este caso el producto útil. En la separación de los ácidos grasos saturados ácido esteárico de los ácidos grasos insaturados ácido oleico (C 18:1), ácido linoleico (C 18:2) y ácido linolénico (C 18:3), el punto de fusión del ácido esteárico se encuentra en aproximadamente 70 °C mientras que el punto de fusión del ácido oleico se encuentra en aproximadamente 20 °C y los puntos de fusión del ácido linoleico y el ácido linolénico por debajo de 0 °C. Si en la mezcla de entrada todavía se encuentran restos de los ácidos grasos saturados C16, C14, C12, todos estos ácidos grasos se unirían conjuntamente con el ácido esteárico como cristalizado. Debido a la fuerte diferencia de los puntos de fusión entre ácidos grasos saturados e insaturados, los ácidos grasos saturados e insaturados pueden separarse muy eficazmente mediante cristalización.

En la segunda fase de la cristalización, los elementos de pared 15 se calientan de nuevo. Durante esta segunda fase, se realiza una fusión parcial de la capa de cristalizado, la llamada fase de exudación. Durante la fase de exudación puede separarse selectivamente una fracción de componentes de ácidos carboxílicos insaturados. La capa de cristalizado permanece en la fase de exudación con los elementos de pared esencialmente unidos, solo se escapan gotas individuales. En estas primeras gotas están enriquecidos los componentes de ácidos carboxílicos del punto de fusión más bajo que acaban de separarse por cristalización. En la fase de exudación es, por lo tanto,



posible una separación muy selectiva de un componente de ácidos carboxílicos determinado con un punto de fusión que se encuentra entre los puntos de fusión de los componentes de ácidos carboxílicos del punto de fusión más alto y los componentes de ácidos carboxílicos del punto de fusión más bajo. Durante la fase de exudación, la temperatura sobre la superficie de los elementos de pared aumenta preferiblemente continuamente. En este caso, durante la fase de exudación también pueden extraerse varias fracciones. En la tercera fase se realiza la fusión de la capa de cristalizado, es decir, la eliminación del cristalizado de los elementos de pared 15. Para esto, los canales 17 en los elementos de pared 15 son atravesados por un medio de acondicionamiento térmico que actúa de medio de calefacción.

La Fig. 6 muestra una sección a través del dispositivo de cristalización según la Fig. 5, en el que entre los elementos de pared 15 están dispuestas estructuras de soporte tipo tamiz 29. Estas estructuras de soporte 29 pueden estar fabricadas de chapas perforadas, como se muestra en la Fig. 7 o Fig. 8. La perforación 33, 35 de la chapa perforada 31 sirve para la permeabilidad de las estructuras de soporte tipo tamiz 29 para la fase líquida. La estructura de soporte 29 presenta una estructura que se repite periódicamente. Esta estructura que se repite periódicamente toca alternativamente el elemento de pared 15 representado en el lazo izquierdo y el lado derecho, que limita con la estructura de soporte. En la Fig. 6 o Fig. 7, la chapa perforada está plegada en una estructura en zigzag, de manera que bordes contiguos rozan elementos de pared 15 opuestos a lo largo de la superficie de cristalización 39 correspondiente. De manera ventajosa está dispuesta una perforación sobre el borde de la chapa perforada 37 que roza la superficie de cristalización 39, con ello también en las zonas que se encuentran en lo más profundo de los espacios 41 triangulares representados en la Fig. 6 entre la estructura de soporte y la superficie de cristalización puede transcurrir fase líquida, lo que es evidente en la Fig. 8. Esta perforación también puede estar configurada en forma de ranura, en la que la longitud de la ranura es al menos igual de grande que la capa de cristalizado, de manera que las gotas que se forman durante la fase de exudación pueden fluir a lo largo de la capa de cristalizado que queda por el momento sobre la superficie de cristalización 39 para reunirse en la zona de fondo.

Las Fig. 9-12 muestran los distintos estadios de la cristalización en un dispositivo de cristalización según una de las Fig. 5-8. Si se usa el dispositivo de cristalización 11 para la separación de componentes de ácidos carboxílicos saturados e insaturados, entonces durante la primera fase del procedimiento de cristalización, la verdadera cristalización, sobre las superficies de cristalización 39 enfriadas se forma una capa de cristalizado 43. Entre dos capas de cristalizado 43 contiguas puede quedar un espacio 45 en el que puede salir el licor madre como fase líquida en la dirección de la zona del fondo 24. Alternativamente, para esto, la dos capas de cristalizado 43 también pueden unirse dando una única capa 44, pudiendo incluir la capa 44 inclusiones 46, como está representado en la Fig. 11 y Fig. 12. Durante la segunda fase del procedimiento de cristalización, la fase de exudación, al principio exuda la fracción de punto de fusión más bajo de los componentes de ácidos carboxílicos, es decir, convierte la fase líquida en forma de gotas. Estas gotas gotean por la capa de cristalizado 43 y salen preferiblemente a lo largo de la estructura de soporte 29, lo que se muestra en la Fig. 10. La capa de cristalizado 43 se reblandece por el calentamiento, por lo que se reduce su adherencia a la superficie de cristalización 39. Posteriormente al momento de tiempo en el que se ha fundido la superficie 49 adherente de la capa de cristalizado 43, se separan partes 53 de la capa de cristalizado 43 de la superficie de cristalización 39, que entonces se enredan en la estructura de soporte. Este desprendimiento de la capa de cristalizado de la superficie de cristalización puede ser deseado ya que, por una parte, mejora la transferencia de calor y, por otra parte, puede aumentar la superficie capaz de exudar de la capa de cristalizado 43. La fase líquida puede según la Fig. 9 circular a lo largo de la superficie central 47, así como a lo largo de la superficie de cristalización 39 o también a lo largo de la superficie de soporte 29 en dirección de la zona del fondo 24 (véase la Fig. 6). La expulsión de la fase líquida se favorece por la presión del peso propio de la parte de cristalizado 53 que queda. La fase líquida 55 gotea, por lo tanto, de la parte de cristalizado en el espacio en forma de canal formado por la estructura de soporte 29, así como a lo largo de la superficie de cristalización. La salida se favorece por la perforación 33, 35 o las aberturas en forma de ranura en la zona de los bordes 37 de la chapa perforada 31 que forma la estructura de soporte 29. La fase líquida 55 circula, por lo tanto, alrededor de la parte de cristalizado 53, porque la fase líquida, que cae de las estructuras de soporte dispuestas encima sobre la parte de cristalizado 53, sale por la superficie 57 inclinada de la parte de cristalizado 53 y gotea por las perforaciones 33, 35 de la estructura de soporte 29 sobre la parte de cristalizado que se encuentra por debajo, pudiendo presentar la estructura de soporte o las superficies de cristalización nervios o surcos, a lo largo de los cuales las gotas pueden coalescer y pueden formar regueros, de manera que el líquido que sale no está impedido por las partes de cristalizado, lo que está representado en detalle en la Fig. 13.

En la Fig. 13 se muestra una sección de otro ejemplo de realización del dispositivo de cristalización. Según este ejemplo de realización, las estructuras de soporte 29, que están dispuestas entre dos elementos de pared 15 contiguos, contienen, en lugar de una perforación, orificios en forma de ranura 61. Especialmente en los bordes 37 de la estructura de soporte están dispuestos orificios en forma de ranura que transcurren alrededor del borde. Estos orificios en forma de ranura sirven para la salida de la fase líquida.

Como modificación adicional, los elementos de pared presentan salientes 63, en los que reposa la estructura de soporte 29. Esta variante garantiza que entre el elemento de pared 15 y la estructura de soporte 29 quede una distancia, ya que la estructura de soporte 29 solo se apoya en los salientes 63 sobre el elemento de pared. Esta distancia tiene varias ventajas. El crecimiento del cristal sobre la superficie de cristalización 39 puede tener lugar libremente durante la fase de cristalización. Además, durante la fase de exudación la fase líquida 55 puede circular a

lo largo del saliente 63, así como en el espacio entre salientes 63 contiguos, que forman surcos, y el borde 37 de la estructura de soporte en dirección de la zona del fondo 24. Por lo tanto, la circulación de la fase líquida puede tener lugar libremente a lo largo de la superficie de cristalización 39, de manera que la fase líquida puede extraerse más rápidamente del dispositivo de cristalización. Por lo tanto, puede reducirse la duración de la fase de exudación, lo que tiene como consecuencia que también puede reducirse el tiempo de ciclo total del procedimiento de cristalización que transcurre discontinuamente. Además, se mejora la transferencia de calor entre el medio de acondicionamiento térmico que circula en el canal 17 y el cristalizado, ya que entre las partes de cristalizado 53 y la superficie de cristalización 39 se forma en amplias zonas un reguero o incluso una película líquida que conduce a una transferencia de calor mejorada en la fase de exudación debido a la elevada velocidad de circulación.

10

## REIVINDICACIONES

1. Instalación para la separación de componentes de ácidos carboxílicos, que comprende un dispositivo de destilación, en el que los componentes de ácidos carboxílicos pueden descomponerse en un componente de bajo punto de ebullición, un componente de punto de ebullición más elevado y un componente de punto de ebullición incluso más elevado, comprendiendo el componente de punto de ebullición más elevado ácidos grasos saturados o insaturados con 18 átomos de carbono cuyo punto de ebullición a 10 Torr se encuentra entre 220 y 230 °C, y presentando el componente de punto de ebullición incluso más elevado más de 18 átomos de carbono y comprendiendo ácidos grasos saturados o insaturados con al menos 20 átomos de carbono, cuyos puntos de ebullición a 10 Torr se encuentran por encima de 230 °C, estando el dispositivo de destilación conectado después de un dispositivo de cristalización para la separación del componente de punto de ebullición más elevado en componentes de ácidos carboxílicos saturados e insaturados, caracterizada por que el dispositivo de cristalización está configurado como un dispositivo de cristalización en capas, conteniendo el dispositivo de cristalización en capas superficies de cristalización perpendiculares o inclinadas para la formación de un cristalizado de componentes de ácidos carboxílicos saturados de alto punto de fusión, estando dispuestas las superficies de cristalización perpendiculares o inclinadas entre sí a una cierta distancia, de manera que pueda evacuarse un licor madre de componentes de ácidos carboxílicos insaturados de bajo punto de fusión, estando provista entre superficies de cristalización contigua una estructura de soporte tipo tamiz permeable para el licor madre líquido, estando dispuesto aguas arriba del dispositivo de destilación y del dispositivo de cristalización un dispositivo de esterificación, y comprendiendo el dispositivo de esterificación un reactor que contiene un catalizador heterogéneo.
2. Procedimiento para la separación de componentes de ácidos carboxílicos, que comprende un dispositivo de destilación en el que en una primera etapa los componentes de ácidos carboxílicos se descomponen en una instalación según la reivindicación 1 en un componente de bajo punto de ebullición, un componente de punto de ebullición más elevado y un componente de punto de ebullición incluso más elevado, comprendiendo el componente de punto de ebullición más elevado ácidos grasos saturados o insaturados con 18 átomos de carbono cuyo punto de ebullición a 10 Torr se encuentra entre 220 y 230 °C, y presentando el componente de punto de ebullición incluso más elevado más de 18 átomos de carbono y ácidos grasos saturados o insaturados con al menos 20 átomos de carbono, cuyos puntos de ebullición a 10 Torr se encuentran por encima de 230 °C, en una segunda etapa el componente de punto de ebullición más elevado se introduce a un dispositivo de cristalización en capas y en una tercera etapa el componente de punto de ebullición más elevado se separa en el dispositivo de cristalización en capas en un cristalizado, que contiene componentes de ácidos carboxílicos saturados, y en un licor madre, que contiene componentes de ácidos carboxílicos esencialmente insaturados.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que los componentes de ácidos carboxílicos se convierten en un dispositivo de esterificación al menos parcialmente en ésteres de ácidos carboxílicos.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que al usar metanol los ésteres de ácidos carboxílicos están presentes esencialmente como ésteres metílicos de ácidos carboxílicos, estando presente al usar una mezcla de entrada de ácidos grasos un éster de ácido graso como un éster metílico de ácido graso.
5. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el dispositivo de esterificación funciona mediante catálisis heterogénea.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 5, en el que el componente de bajo punto de ebullición comprende una mezcla de varios componentes de ácidos carboxílicos con número diferente de átomos de carbono.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que el componente de bajo punto de ebullición contiene hasta 16 átomos de carbono.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que una primera parte de la mezcla del componente de bajo punto de ebullición se extrae como producto de cabeza en una primera columna de destilación (1, 131), una segunda parte de la mezcla del componente de bajo punto de ebullición, así como el componente de punto de ebullición más elevado y el componente de punto de ebullición incluso más elevado, se acumulan como producto de caldera de la primera columna de destilación (1, 131), introduciéndose el producto de caldera de la primera columna de destilación (1, 131) en una segunda columna de destilación (2, 141), extrayéndose en la segunda columna de destilación (2, 141) la segunda parte de la mezcla del componente de bajo punto de ebullición como producto de cabeza, acumulándose el componente de punto de ebullición más elevado y el componente de punto de ebullición incluso más elevado como producto de caldera de la segunda columna de destilación (2, 141), introduciéndose el producto de caldera de la segunda columna de destilación (2, 141) en una tercera columna de destilación (3, 151), introduciéndose el componente de punto de ebullición más elevado, como producto de cabeza de la tercera columna de destilación (3, 151), en el dispositivo de cristalización (11), extrayéndose como producto de caldera de la tercera columna de destilación (3, 151) el componente de punto de ebullición incluso más elevado.

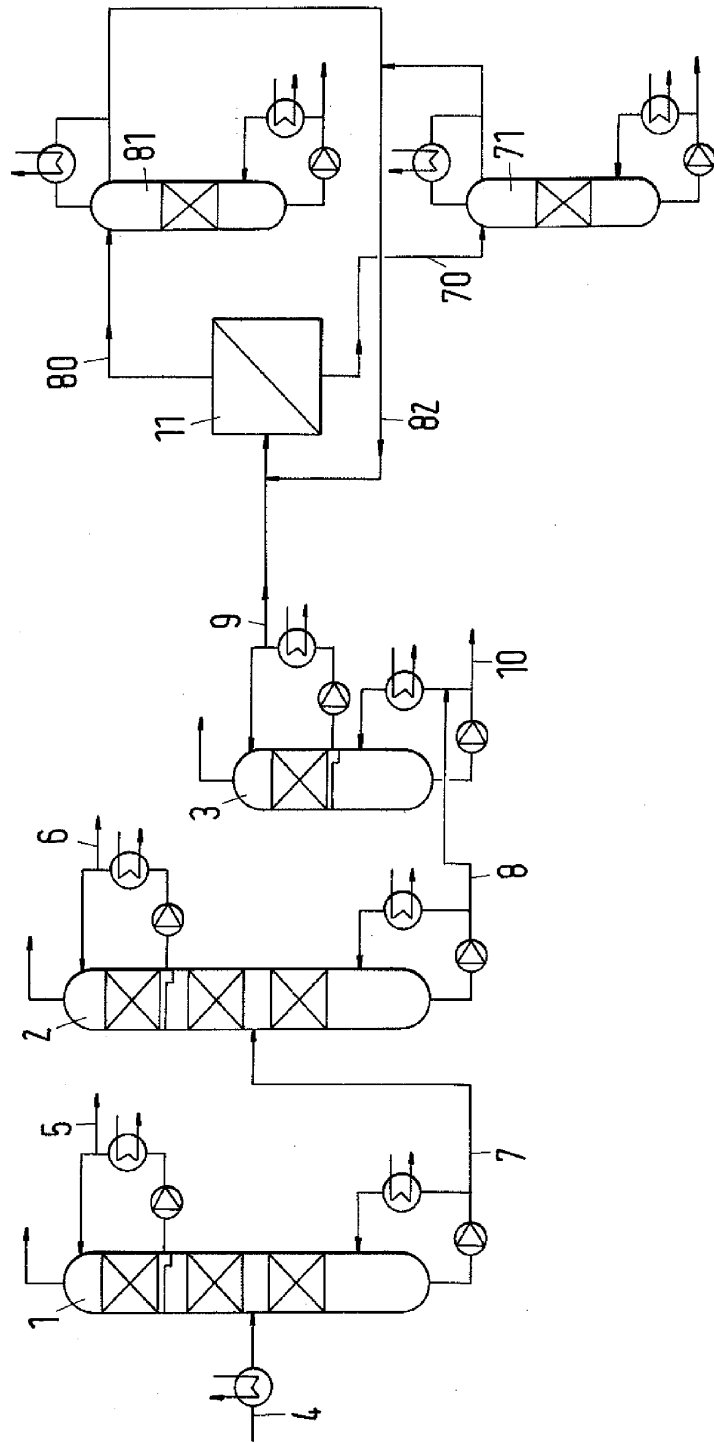


Fig.1

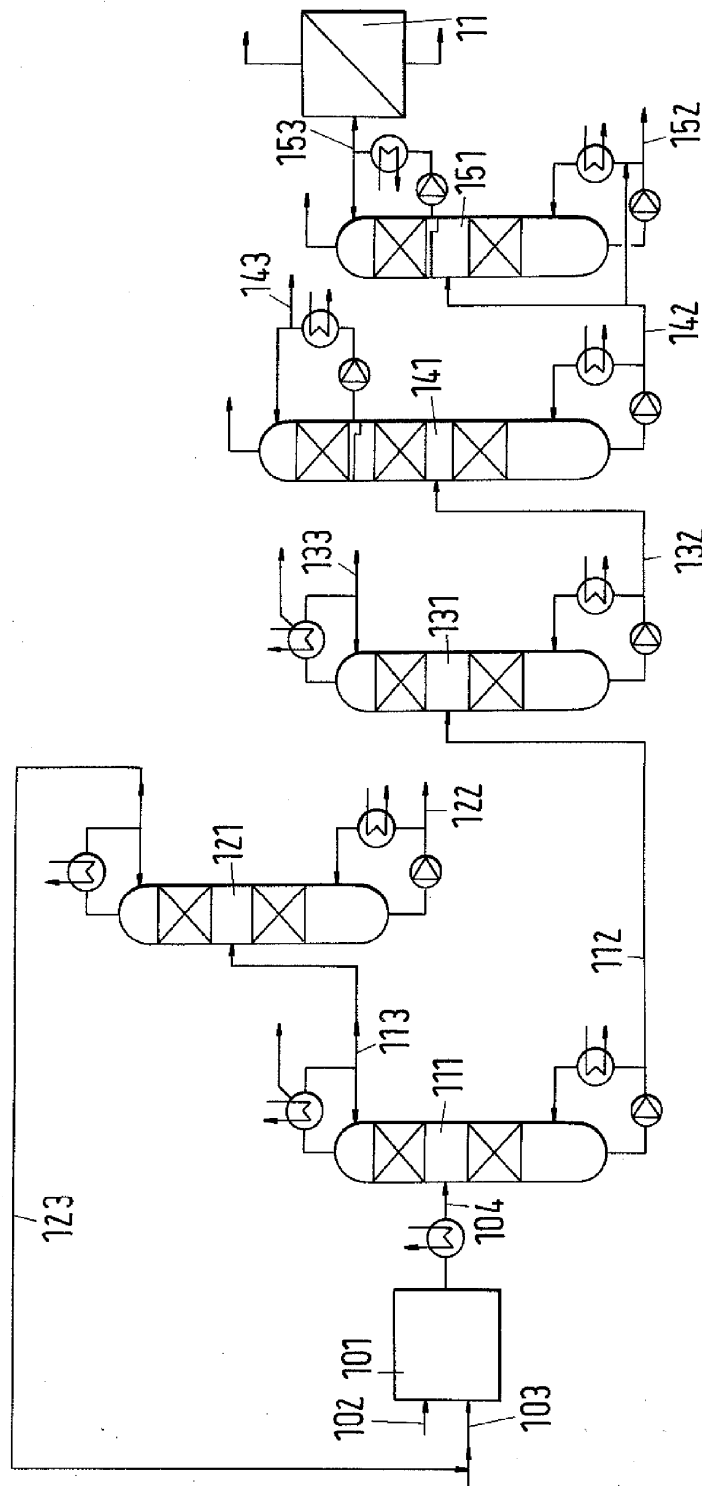


Fig.2

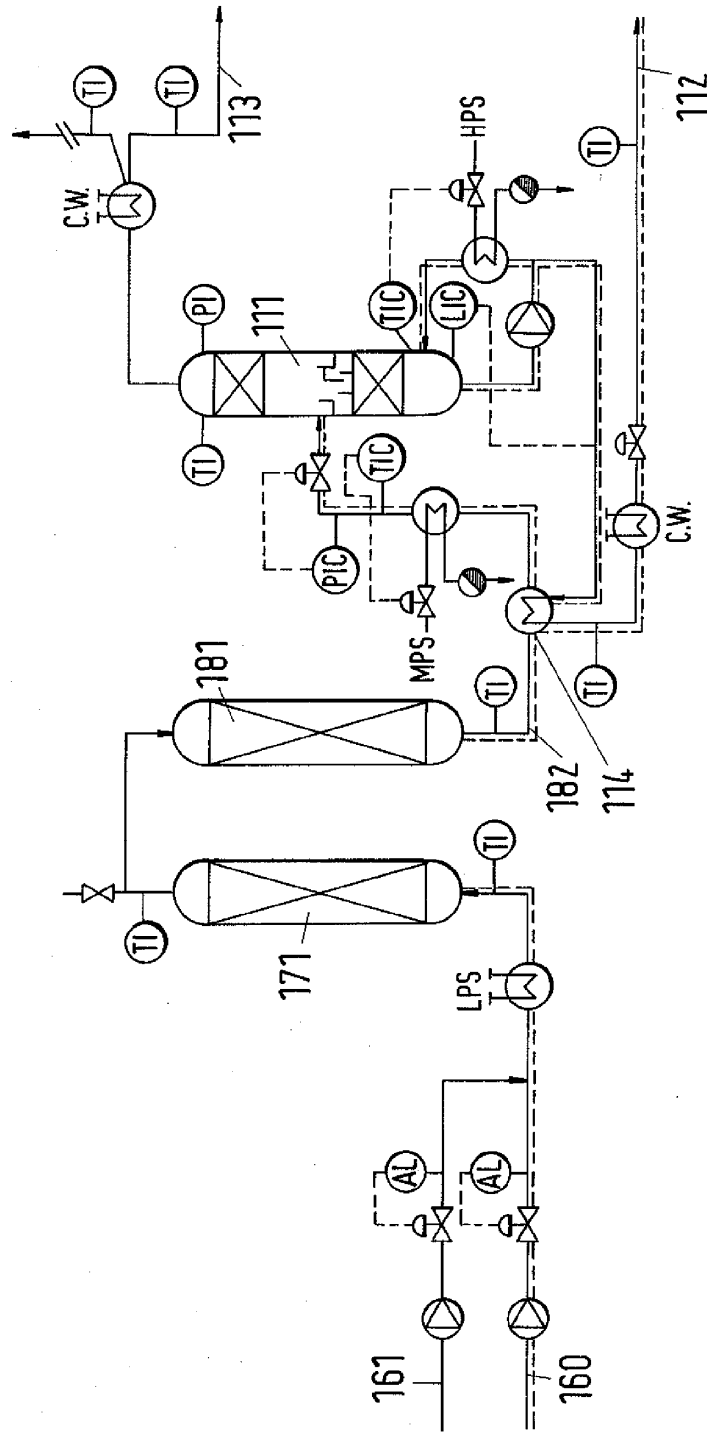


Fig.3

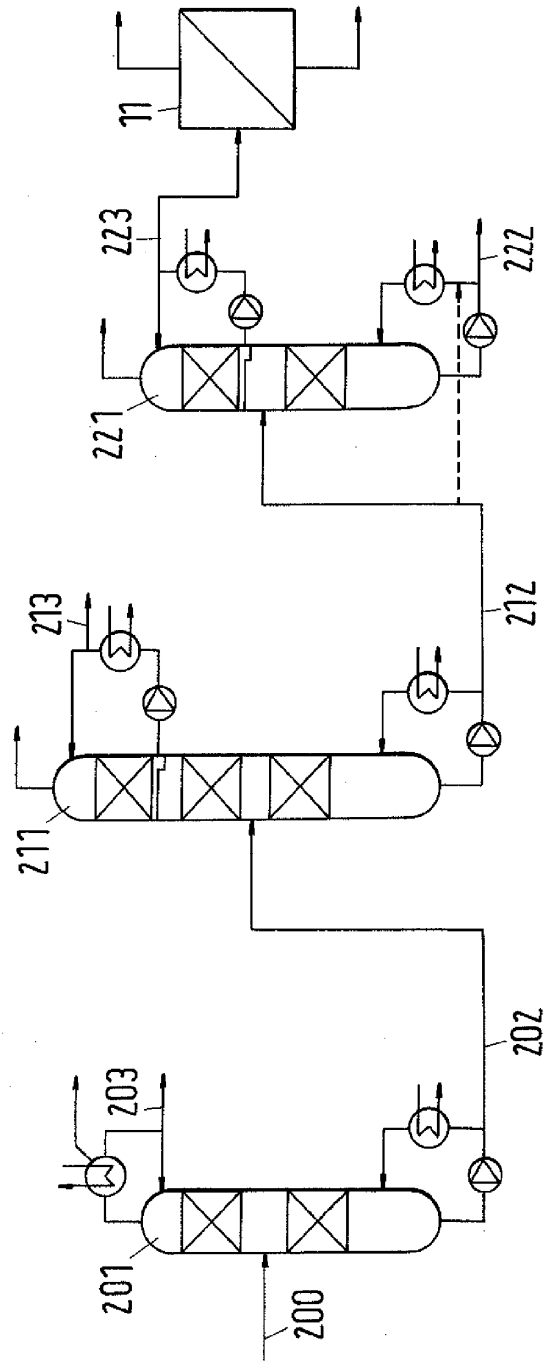


Fig.4

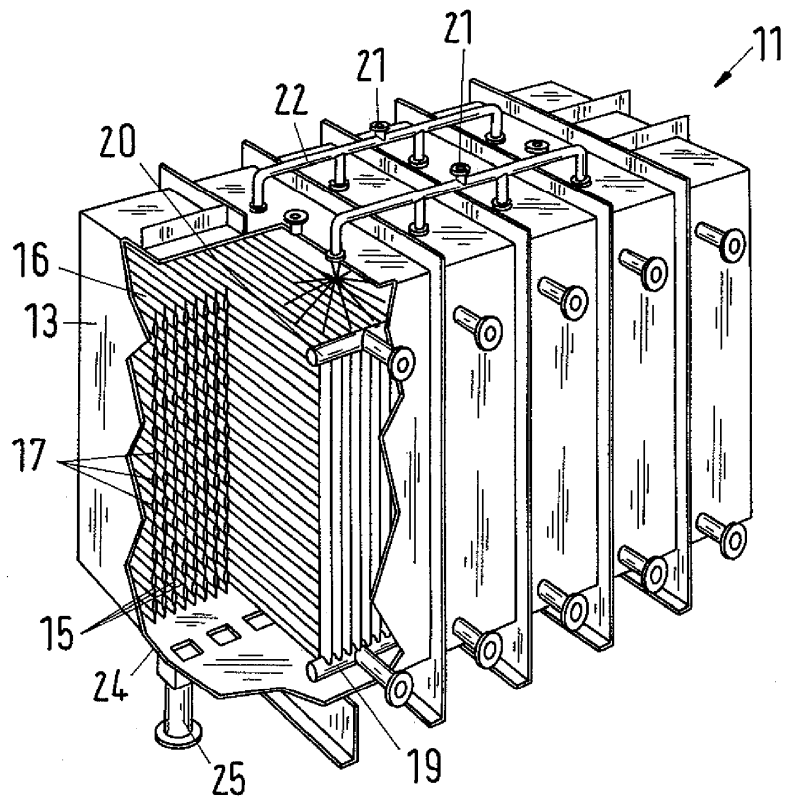


Fig.5



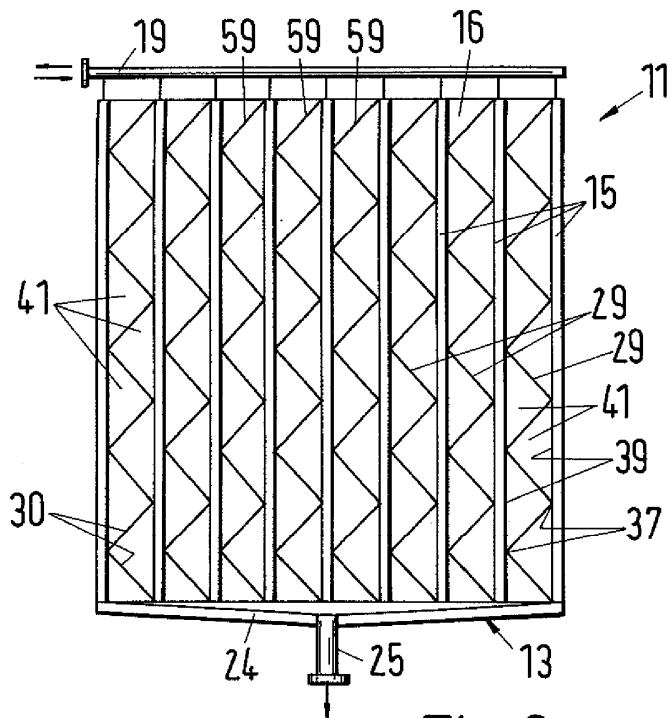


Fig. 6

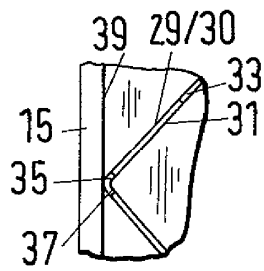


Fig. 7

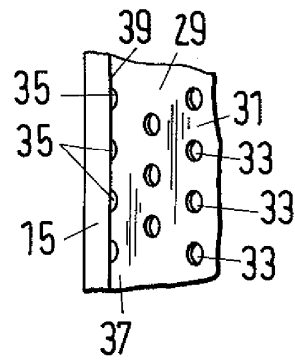


Fig. 8

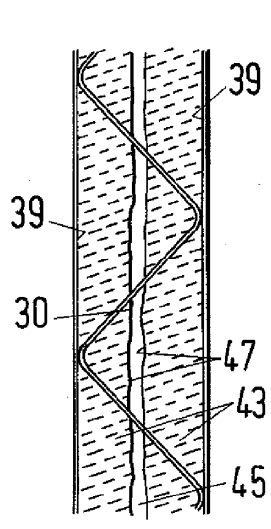


Fig.9

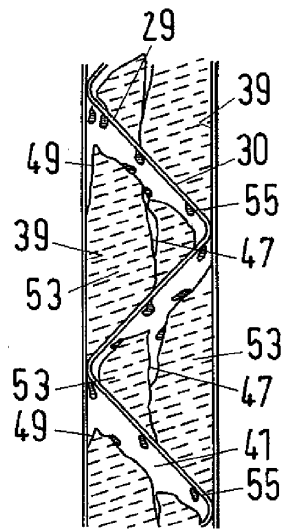


Fig.10

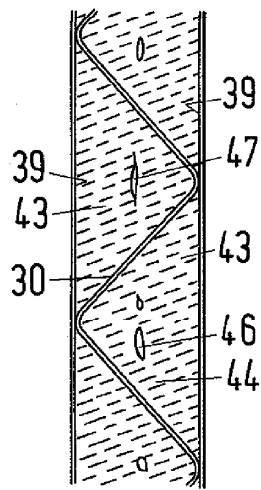


Fig.11

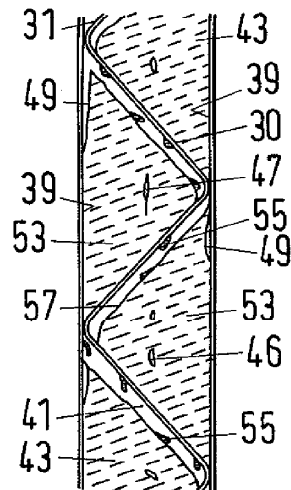


Fig.12

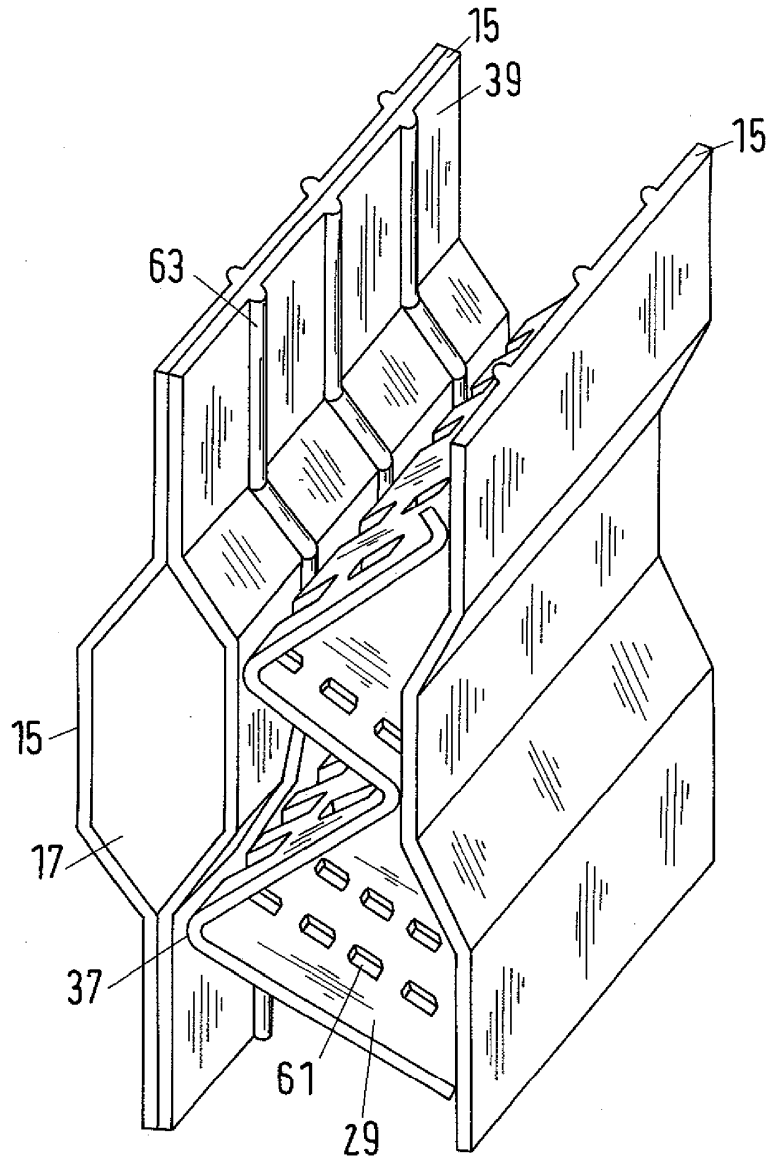


Fig.13