

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 175**

51 Int. Cl.:

C07C 67/03 (2006.01)

C07C 69/30 (2006.01)

C11C 3/06 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

C07C 67/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.12.2012 PCT/JP2012/081783**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.06.2013 WO13085031**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.12.2012 E 12855771 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2017 EP 2789601**

54 Título: **Método para producir mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso**

30 Prioridad:

08.12.2011 JP 2011269137

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

11.10.2017

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi-Kayabacho, 1-chome Chuo-ku
Tokyo 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**KUMITA YASUKAZU y
SHIRASAWA TAKESHI**

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 637 175 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

Método para producir mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso.

10 Antecedentes de la invención

Los monoglicéridos de ácidos grasos usados ampliamente como agente oleoso y similar en cosmética, alimentación, y emulsionantes o lubricantes industriales se producen mediante la reacción de esterificación de glicerina con ácido graso o mediante la reacción de intercambio de éster de glicerina con grasa y aceite.

15 Estas reacciones se llevan a cabo en la ausencia o presencia de un catalizador, y generalmente se genera una mezcla de glicerina, monoglicérido de ácido graso, diglicérido de ácido graso y triglicérido de ácido graso.

Por tales motivos, se requiere una etapa de purificación dependiendo del fin. Cuando se desea obtener un monoglicérido de ácido graso con alta pureza, se realiza purificación basada en destilación molecular o destilación en capa fina. El diglicérido de ácido graso y triglicérido de ácido graso contenidos en los residuos tras la destilación de monoglicérido pueden recuperarse de nuevo como monoglicérido según una reacción de transesterificación con glicerina. Sin embargo, desde el punto de vista de eficacia de producción del monoglicérido, se prefiere una mayor pureza del monoglicérido antes de la etapa de destilación.

25 Tal como se da a conocer en el documento JP-A 57-24327, se sabe que el equilibrio de la reacción de intercambio de éster se desplaza hacia el lado de la producción de monoglicérido de ácido graso a medida que la temperatura de reacción aumenta. Manteniendo la grasa y la glicerina como materia prima a alta temperatura como 220°C o mayor en presencia de un catalizador, la concentración del monoglicérido de ácido graso aumenta.

30 Sin embargo, cuando se requiere tiempo para enfriar en presencia de un catalizador, se sabe que la reacción hacia el equilibrio a esa temperatura, es decir, la reacción a partir de dos moléculas de monoglicérido de ácido graso hasta la obtención de diglicérido de ácido graso y glicerina, se vuelve mayor, de modo que la concentración de monoglicérido de ácido graso disminuye.

35 En el documento JP-A 57-24327 se da a conocer entonces la neutralización de un catalizador alcalino con un ácido tras la finalización de la reacción para desactivarlo, disminuir la velocidad de reacción y evitar que la concentración de monoglicérido de ácido graso disminuya.

40 En el documento US 2.909.540 se da a conocer la prevención de la disminución de la concentración de monoglicérido de ácido graso mediante la reducción de la velocidad de reacción evaporando glicerina a una presión reducida, tras la reacción para producir monoglicérido de ácido graso, y enfriando el líquido de la reacción finalizada con transferencia de calor acompañada de evaporación.

45 En el documento US 3.083.216 se da a conocer la producción de monoglicérido de ácido graso superior. En el documento US 3.079.412 se da a conocer la producción continua de monoglicérido de ácido graso.

Sumario de la invención

50 La presente invención se refiere a un método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso a partir de glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado de ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos, que incluye:

(i) una etapa de obtener una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso calentando y haciendo reaccionar glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado de ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos en presencia de un catalizador,

(ii) una etapa que incluye añadir glicerina, que es líquida y tiene una temperatura menor que la temperatura de la mezcla, a la mezcla para enfriar la mezcla, y

60 (iii) una etapa de separar la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso de glicerina, obtenida en la etapa (ii), mediante la separación de fases.

Breve descripción de los dibujos

65 La figura 1 es un diagrama esquemático que ilustra un aparato de producción usado en el ejemplo 5.

Descripción detallada de la invención

Según el documento JP-A 57-24327, se producen sales mediante neutralización y se requieren instalaciones para la purificación, como filtración, para retirar las sales producidas. Además, según el documento US 2.909.540, se altera el equilibrio de reacción y se desplaza hacia el lado que presenta la descomposición de monoglicérido de ácido graso, y por tanto es imposible producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso que tiene un gran contenido en monoglicérido de ácido graso.

En estas circunstancias, la presente invención proporciona un método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso con un alto contenido en monoglicérido de ácido graso.

Según la presente invención, puede producirse una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso con un alto contenido en monoglicérido de ácido graso en la fase final de la etapa de reacción, la carga de purificación puede reducirse después de esto, y puede aumentarse la cantidad de producción de monoglicérido por hora.

El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso de la presente invención (que en contraste con la obtenida a partir de la etapa (i), puede denominarse "mezcla final") incluye

(i) una etapa de obtener una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso (mezcla intermedia) calentando y haciendo reaccionar glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado de ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos, (a continuación en el presente documento, puede denominarse "compuesto que tiene un grupo acilo") en presencia de un catalizador,

(ii) una etapa que incluye añadir glicerina, que es líquida y tiene una temperatura menor que la temperatura de la mezcla, a la mezcla para enfriar la mezcla, y

(iii) una etapa de separar la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso y glicerina, obtenida en la etapa (ii), mediante la separación de fases.

Mientras tanto, cada uno del modo de reacción de la etapa (i) y el modo de enfriamiento de la etapa (ii) pueden ser cualquiera de un modo discontinuo y un modo continuo. En el caso de un modo discontinuo, puede ser cualquiera de un tipo discontinuo y un tipo semicontinuo.

<Etapa (i): Etapa para obtener una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso>

El compuesto que tiene un grupo acilo usado en la etapa (i) de la presente invención puede tener cualquiera de grupos acilo ramificados, lineales, saturados e insaturados, pero desde el punto de vista de un efecto más evidente de la presente invención, el número de átomos de carbono en el grupo acilo es preferiblemente de 8 a 30, más preferiblemente de 12 a 22, e incluso más preferiblemente de 14 a 18. Desde el mismo punto de vista, el número de átomos de carbono en el grupo acilo del compuesto que tiene un grupo acilo usado en la etapa (i) de la presente invención es preferiblemente de 8 o más, de 12 o más, o de 14 o más, y también de 30 o menos, de 22 o menos, o de 18 o menos.

Los ejemplos específicos del ácido graso en el compuesto que tiene un grupo acilo que se usa en la presente invención incluyen ácido caprónico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido eicosanoico, ácido behénico, ácido oleico, ácido elaídico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido graso de aceite de soja, ácido graso de aceite de colza y ácido graso de aceite de bogol.

Los ejemplos del glicérido de ácido graso en el compuesto que tiene un grupo acilo usado en la invención incluyen triéster y diéster que contienen ácido graso y glicerina como componente constituyente, y una mezcla de los mismos. No existe el problema de que en el mismo esté contenido monoéster.

Los ejemplos específicos de los mismos incluyen aceite de coco, aceite de palma, aceite de semilla de palma, aceite de soja, aceite de colza, sebo de bovino, manteca de cerdo, aceite de bogol y aceite de pescado.

Con respecto a la proporción de reacción entre la glicerina y el compuesto que tiene un grupo acilo, desde el punto de vista de obtener una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso con un alto contenido en monoglicérido de ácido graso y aumentar la productividad por lote o tiempo unitario, la glicerina es preferiblemente de 1,0 a 5,0 moles, más preferiblemente de 1,3 a 4,0 moles, e incluso más preferiblemente de 2,0 a 3,0 moles por mol de un grupo acilo en el compuesto que tiene un grupo acilo. Con respecto a la proporción de reacción entre la glicerina y el compuesto que tiene un grupo acilo, desde el mismo punto de vista, la glicerina es preferiblemente de 1,0 mol o más, de 1,3 moles o más, o de 2,0 moles o más, y también de 5,0 moles o menos, de 4,0 moles o menos, o de 3,0 moles o menos por mol de un grupo acilo en el compuesto que tiene un grupo acilo.

La temperatura para la reacción entre la glicerina y el compuesto que tiene un grupo acilo es, desde el punto de vista de potenciar la solubilidad de la glicerina en una fase oleosa y aumentar la velocidad de reacción de esterificación y

de reacción de intercambio de éster, preferiblemente de 200°C o mayor, más preferiblemente de 210°C o mayor, e incluso más preferiblemente de 215°C o mayor. Desde el punto de vista de suprimir la producción de diglicerina como subproducto, es preferiblemente de 400°C o menos, más preferiblemente de 350°C o menos, e incluso más preferiblemente de 300°C o menos. Desde el mismo punto de vista, es preferiblemente de 200 a 400°C, más preferiblemente de 210 a 350°C, e incluso más preferiblemente de 215 a 300°C.

El tiempo para la reacción entre la glicerina y el compuesto que tiene un grupo acilo depende de la temperatura de reacción y el tipo y la cantidad del catalizador usado o similar. Desde el punto de vista de potenciar el rendimiento de monoglicérido de ácido graso llegando de manera segura cerca del equilibrio de reacción, es preferiblemente de 5 minutos o mayor, más preferiblemente de 1 hora o mayor, e incluso más preferiblemente de 2 horas o mayor. Además, desde el punto de vista de la cantidad de subproducto de diglicerina como condensación de glicerina, es preferiblemente de 12 horas o menor, más preferiblemente de 10 horas o menor, e incluso más preferiblemente de 5 horas o menor. Mientras tanto, puede hacerse la confirmación del punto final recogiendo adecuadamente una muestra y analizándola. Por ejemplo, puede realizarse confirmando que no hay cambio en el contenido en monoglicérido.

La etapa para obtener la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso (mezcla intermedia) de la presente invención se realiza en presencia de un catalizador. Los ejemplos del catalizador incluyen los catalizadores que se usan para una reacción de esterificación o una reacción de intercambio de éster.

Desde el punto de vista de potenciar el rendimiento de monoglicérido de ácido graso dispersando la mezcla en un estado más homogéneo, es preferible un catalizador soluble en glicérido de ácido graso y glicerina. Específicamente, es preferible un hidróxido de metal alcalino o un hidróxido de metal alcalinotérreo. Hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o hidróxido de calcio son más preferibles. Hidróxido de calcio es incluso más preferible.

Desde el punto de vista de garantizar la velocidad suficiente de reacción de esterificación y de reacción de intercambio de éster, la concentración de catalizador es preferiblemente de 1 ppm (basado en masa) o más. Más preferiblemente, es de 10 ppm o más. Incluso más preferiblemente, es de 50 ppm o más. Desde el punto de vista de aumentar el rendimiento de monoglicérido de ácido graso suprimiendo la reacción a partir de dos moléculas de monoglicérido de ácido graso para la obtención de diglicérido de ácido graso y glicerina durante el enfriamiento (a continuación en el presente documento, denominada reacción inversa), la concentración de catalizador es preferiblemente de 1000 ppm o menos, más preferiblemente de 750 ppm o menos, e incluso más preferiblemente de 500 ppm o menos. En la presente invención, tras añadir el catalizador a la glicerina y el compuesto que tiene un grupo acilo y ajustar la concentración de catalizador preferiblemente al intervalo mencionado anteriormente, se realizan la etapa (i) y la etapa (ii).

<Etapa (ii): Etapa que incluye añadir glicerina a una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso para enfriar>

La etapa (ii) de la presente invención es una etapa en la que, además de enfriar el producto de reacción de la etapa (i) (mezcla intermedia) añadiendo glicerina, se reduce la concentración de catalizador en la fase líquida añadiendo glicerina y, extrayendo el catalizador contenido en la mezcla intermedia, se suprime la reacción inversa.

La temperatura de la mezcla obtenida de la etapa (i) es preferiblemente la temperatura de reacción de la etapa (i). La temperatura de la mezcla es preferiblemente de 200°C o mayor, más preferiblemente de 210°C o mayor, e incluso más preferiblemente de 215°C o mayor, y también preferiblemente de 400°C o menor, más preferiblemente de 350°C o menor, e incluso más preferiblemente de 300°C o menor. Específicamente, es preferiblemente de 200 a 400°C, más preferiblemente de 210 a 350°C, e incluso más preferiblemente de 215 a 300°C.

La etapa (ii) tiene menor temperatura que la mezcla de la etapa (i), y también se añade a la misma glicerina líquida.

La temperatura de glicerina (punto de ebullición: 280°C) añadida en la etapa (ii) es, desde el punto de vista de enfriar el producto de reacción (mezcla intermedia) de la etapa (i), preferiblemente de 180°C o menor, más preferiblemente de 100°C o menor, e incluso más preferiblemente de 50°C o menor dentro del intervalo en el que se satisface la temperatura mencionada anteriormente.

Además, desde el punto de vista de fluidez, es preferiblemente de 0°C o mayor, más preferiblemente de 10°C o mayor, e incluso más preferiblemente de 20°C o mayor.

La cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es, desde el punto de vista de evitar la reacción inversa, preferiblemente de 1 parte en masa o más, más preferiblemente de 10 partes en masa o más, e incluso más preferiblemente de 50 partes en masa o más por 100 partes en masa de la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso (mezcla intermedia).

Una cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es, desde el punto de vista de la capacidad de un tanque de separación y un tanque de almacenamiento que se requieren para la separación de fases de la fase de composición que contiene fases de monoglicérido de ácido graso y glicerina, preferiblemente de 1000 partes en masa o menos,

más preferiblemente de 500 partes en masa o menos, e incluso más preferiblemente de 150 partes en masa o menos por 100 partes en masa de la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso (mezcla intermedia).

5 Desde el mismo punto de vista, la cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es preferiblemente de 1 a 1000 partes en masa, más preferiblemente de 10 a 500 partes en masa, e incluso más preferiblemente de 50 a 150 partes en masa por 100 partes en masa de la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso (mezcla intermedia).

10 Una cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es, desde el punto de vista de evitar la reacción inversa, preferiblemente de 1×10^3 partes en masa o más, más preferiblemente de 1×10^4 partes en masa o más, e incluso más preferiblemente de 1×10^5 partes en masa o más por 100 partes en masa del catalizador.

15 La cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es, desde el punto de vista del tamaño de un tanque de separación y un tanque de almacenamiento que se requieren para la separación de fases de la fase de composición que contiene fases de monoglicérido de ácido graso y glicerina, preferiblemente de 1×10^9 partes en masa o menos, más preferiblemente de 5×10^7 partes en masa o menos, e incluso más preferiblemente de 3×10^6 partes en masa o menos por 100 partes en masa del catalizador.

20 Desde el mismo punto de vista, la cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es preferiblemente de 1×10^3 a 1×10^9 partes en masa, más preferiblemente de 1×10^4 a 5×10^7 partes en masa, e incluso más preferiblemente de 1×10^5 a 3×10^6 partes en masa por 100 partes en masa del catalizador.

25 La velocidad de enfriamiento de la mezcla en la etapa (ii) es, desde el punto de vista de evitar la reacción inversa, preferiblemente de $1^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o mayor, más preferiblemente de $5^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o mayor, incluso más preferiblemente de $8^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o mayor, incluso más preferiblemente de $50^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o mayor, e incluso más preferiblemente de $100^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o mayor. Desde el punto de vista de la carga energética, es preferiblemente de $1000^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o menor, más preferiblemente de $500^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o menor, e incluso más preferiblemente de $300^\circ\text{C}/\text{minuto}$ o menor.

30 En la etapa (ii), la velocidad de enfriamiento en una región con mayor temperatura de mezcla tiene una mayor influencia en la obtención de un rendimiento mejorado de monoglicérido de ácido graso. En la presente invención, es preferible añadir glicerina a la velocidad de enfriamiento dentro del intervalo mencionado anteriormente a la mezcla a la temperatura de 100°C o mayor, o de 140°C o mayor seguido por enfriamiento, puesto que tiene un efecto significativo de evitar la reacción inversa. Además, en la etapa (ii) de la presente invención, es preferible añadir glicerina a la velocidad de enfriamiento dentro del intervalo mencionado anteriormente hasta que la temperatura de la mezcla sea de 140°C o menor, o de 100°C o menor y realizar el enfriamiento, porque el efecto de prevención de la reacción inversa es notable.

35 Además, la temperatura de la mezcla tras el enfriamiento en la etapa (ii) es, desde el punto de vista de realizar de manera eficaz la separación de fases mientras se evita la solidificación de la mezcla, preferiblemente de 80°C o mayor y más preferiblemente de 90°C o mayor y también preferiblemente de 200°C o menor, más preferiblemente de 180°C o menor, e incluso más preferiblemente de 150°C o menor.

40 Es preferible que la adición de glicerina se realice con mezclado de modo que la velocidad de enfriamiento de la mezcla completa esté dentro del intervalo mencionado anteriormente. En cuanto al método para mezclar, puede usarse un método conocido convencionalmente.

45 Cuando la etapa (ii) se realiza en una reacción en modo discontinuo usando el reactor de tipo tanque agitado, se añade la glicerina agitando la mezcla de modo que la velocidad de enfriamiento de la mezcla completa esté dentro del intervalo mencionado anteriormente.

50 En cuanto a las aletas de agitación de un agitador, puede usarse una aleta de agitación tal como una aleta de arrastre de tres piezas, una aleta de zona completa, una aleta de turbina o una aleta de combinación máxima.

55 La potencia de agitación requerida por unidad de volumen del fluido en el reactor es, desde el punto de vista de enfriar la mezcla completa, preferiblemente de $0,1 \text{ kW}/\text{m}^3$ o mayor, más preferiblemente de $0,5 \text{ kW}/\text{m}^3$ o mayor, e incluso más preferiblemente de $2 \text{ kW}/\text{m}^3$ o mayor. Además, desde el punto de vista de la carga de energía, es preferiblemente de $200 \text{ kW}/\text{m}^3$ o menor, más preferiblemente de $100 \text{ kW}/\text{m}^3$ o menor, e incluso más preferiblemente de $50 \text{ kW}/\text{m}^3$ o menor.

60 Tal como se describe en el presente documento, la "potencia de agitación requerida por unidad de volumen" es un valor obtenido calculando una diferencia entre el valor medido de potencia de agitación durante la reacción (unidad: kW) y el valor medido de potencia inactiva antes de añadir las materias primas para la reacción (unidad: kW) y dividiendo el resultado por el volumen de fluido en el reactor (unidad: m^3).

65 Además, la adición de glicerina puede ser o bien continua o bien intermitente siempre que la velocidad de enfriamiento de la mezcla completa esté dentro del intervalo mencionado anteriormente.

La velocidad de enfriamiento corresponde a la cantidad de disminución de temperatura por unidad de tiempo. Cuando la etapa (ii) se realiza de manera continua en un reactor tubular, la velocidad de enfriamiento puede ser un valor que se obtiene dividiendo la diferencia de temperatura entre la entrada y la salida de la parte de enfriamiento por un valor obtenido dividiendo la longitud de paso de flujo por la velocidad lineal.

Cuando la etapa (ii) se realiza de manera continua en un reactor tubular, desde el punto de vista de tener la velocidad de enfriamiento de la mezcla completa dentro del intervalo mencionado anteriormente, el mezclado de la mezcla obtenida de la etapa (i) con glicerina se realiza a una velocidad de cizalladura, U/D_{min} , de preferiblemente 1 (1/s) o más, más preferiblemente de 10 (1/s) o más, e incluso más preferiblemente de 100 (1/s) o más. Desde el punto de vista de la carga de energía, se realiza a una velocidad de cizalladura, U/D_{min} , de preferiblemente 100000 (1/s) o menos, más preferiblemente de 50000 (1/s) o menos, e incluso más preferiblemente de 10000 (1/s) o menos.

Con respecto a la velocidad de cizalladura, U/D_{min} , D_{min} representa el diámetro interno mínimo (mm) del paso de flujo en la parte de mezclado y U representa la velocidad lineal (mm/s) de la mezcla a D_{min} . Mientras tanto, cuando la cantidad de flujo de la mezcla es Q (ml/s), puede obtenerse U (mm/s) basándose en la siguiente ecuación (1). En la ecuación, n representa el número de diámetro interno mínimo del paso de flujo, y cuando se usa un agitador de tipo contracción de una placa porosa, por ejemplo, representa el número de poros en el agitador.

$$U \text{ (mm/s)} = Q \times 1000 / (n \times \pi \times (D_{min})^2 / 4) \quad (1)$$

No se requiere necesariamente que la forma en corte transversal de la parte de mezclado sea un círculo. Cuando es de una forma distinta a un círculo, U significa la velocidad de flujo en el área de corte transversal mínima del paso de flujo. En tal caso, se usa para D_{min} el diámetro de un círculo que tiene la misma área que el área de corte transversal mínima del paso de flujo.

<Etapa (iii): Etapa para separar una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso y glicerina mediante la separación de fases>

Tras la etapa (ii), se realiza una etapa de separar la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso y glicerina mediante la separación de fases como etapa (iii).

En cuanto al método de separación de la etapa (iii) mediante la separación de fases, puede usarse un método conocido convencionalmente como un método para separar una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso y glicerina. Los ejemplos específicos de los mismos incluyen separación estacionaria y separación centrífuga.

Desde el punto de vista de la eficacia energética y simplificación de instalaciones, son preferibles la separación estacionaria y la separación centrífuga, y la separación estacionaria es más preferible.

Los ejemplos específicos de la separación estacionaria incluyen dejar reposar la mezcla obtenida de la etapa (ii) en un tanque de almacenamiento y luego usar un dispositivo de separación, tal como un separador de aceite de tipo API, un separador de aceite de tipo CPI o un separador de aceite de tipo PPI.

Los ejemplos del separador centrífugo incluyen centrífuga de tipo De Laval y centrífuga de tipo Sharples.

Además, desde el punto de vista de realizar de manera eficaz la separación de fases con la prevención de la solidificación de la mezcla, la temperatura de la mezcla con una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso y glicerina, que se somete a la separación de fases en la etapa (iii), es preferiblemente de 80°C o mayor y más preferiblemente de 90°C o mayor y también preferiblemente de 200°C o menor, más preferiblemente de 180°C o menor, e incluso más preferiblemente de 150°C o menor.

Desde el punto de vista de la estabilidad del monoglicérido de ácido graso en la mezcla que va a obtenerse, la concentración del catalizador alcalino que queda en la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso, obtenida en la etapa (iii), es del 0,1% en masa o menos, preferiblemente de 100 ppm o menos.

La glicerina separada en la etapa (iii) puede usarse en la etapa (i) o la etapa (ii), y preferiblemente en la etapa (i).

Aspectos y realizaciones preferidas de la presente invención se describen a continuación en el presente documento.

<1>

Un método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso a partir de glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado de ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos, que incluye:

(i) una etapa de obtener una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso calentando y haciendo reaccionar glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado de ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos, en presencia de un catalizador,

(ii) una etapa que incluye añadir glicerina a la mezcla y enfriar la mezcla, añadiendo glicerina líquida que tiene una temperatura menor que la temperatura de la mezcla, y

5 (iii) una etapa de separar la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso y glicerina, obtenida en la etapa (ii), mediante la separación de fases.

<2>

10 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en <1> anterior, en el que una cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es preferiblemente de 1 parte en masa o más, más preferiblemente de 10 partes en masa o más, e incluso más preferiblemente de 50 partes en masa o más y también preferiblemente de 1000 partes en masa o menos, más preferiblemente de 500 partes en masa o menos, e incluso más preferiblemente de 150 partes en masa o menos por 100 partes en masa de la mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso obtenida de la etapa previa.

<3>

20 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en <1> o <2> anterior, en el que la velocidad de enfriamiento de la mezcla en la etapa (ii) es preferiblemente de 1°C/minuto o mayor, más preferiblemente de 5°C/minuto o mayor, incluso más preferiblemente de 8°C/minuto o mayor, incluso más preferiblemente de 50°C/minuto o mayor, e incluso más preferiblemente de 100°C/minuto o mayor y también preferiblemente de 1000°C/minuto o menor, más preferiblemente de 500°C/minuto o menor, e incluso más preferiblemente de 300°C/minuto o menor.

25

<4>

30 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en cualquiera de <1> a <3> anterior, en el que la cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es preferiblemente de 1×10^3 partes en masa o más, más preferiblemente de 1×10^4 partes en masa o más, e incluso más preferiblemente de 1×10^5 partes en masa o más y también preferiblemente de 1×10^9 partes en masa o menos, más preferiblemente de 5×10^7 partes en masa o menos, e incluso más preferiblemente de 3×10^6 partes en masa o menos por 100 partes en masa del catalizador usado en la etapa previa.

35

<5>

40 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en cualquiera de <1> a <4> anterior, en el que la temperatura de reacción en la etapa (i) es preferiblemente de 200°C o mayor, más preferiblemente de 210°C o mayor, incluso más preferiblemente de 215°C o mayor, y también preferiblemente de 400°C o menor, incluso más preferiblemente de 350°C o menor, e incluso más preferiblemente de 300°C o menor.

<6>

45 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en cualquiera de <1> a <5> anterior, en el que la temperatura de glicerina que va a añadirse en la etapa (ii) es preferiblemente de 0°C o mayor, más preferiblemente de 10°C o mayor, e incluso más preferiblemente de 20°C o mayor y también preferiblemente de 180°C o menor, más preferiblemente de 100°C o menor, e incluso más preferiblemente de 50°C o menor.

<7>

50 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en cualquiera de <1> a <6> anterior, en el que la concentración de catalizador del catalizador usado en la etapa (i) es preferiblemente de 1 ppm o más, más preferiblemente de 10 ppm o más, e incluso más preferiblemente de 50 ppm o más, y también preferiblemente de 1000 ppm o menos, más preferiblemente de 750 ppm o menos, e incluso más preferiblemente de 500 ppm o menos.

55

<8>

60 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en cualquiera de <1> a <7> anterior, en el que el método de separación de la etapa (iii) mediante la separación de fases es separación estacionaria.

<9>

65 El método para producir una mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso descrito en cualquiera de <1> a <8> anterior, en el que la temperatura de la mezcla en la etapa (ii) es preferiblemente de 100°C o mayor y más

preferiblemente de 140°C o mayor, y la velocidad de enfriamiento de la mezcla en la etapa (ii) es preferiblemente de 1°C/minuto o mayor, más preferiblemente de 5°C/minuto o mayor, incluso más preferiblemente de 8°C/minuto o mayor, incluso más preferiblemente de 50°C/minuto o mayor, e incluso más preferiblemente de 100°C/minuto o mayor y preferiblemente de 1000°C/minuto o menor, más preferiblemente de 500°C/minuto o menor, incluso más preferiblemente de 300°C/minuto o menor.

Ejemplos

A continuación en el presente documento, la presente invención se describe más en detalle en referencia a los ejemplos y ejemplos comparativos. Se expone "ejemplo" para ejemplos de la presente invención y no limita la presente invención.

[Método para analizar monoglicérido de ácido graso]

Se pesó dodecano como material de patrón interno y se añadió a una muestra que contiene monoglicérido de ácido graso y se mezcló en la misma. Mientras tanto, cuando se realiza la separación de fases para el producto de reacción de los ejemplos y los ejemplos comparativos, se recogió la muestra de una fase oleosa separada en una parte superior.

Se añadió un agente de trimetilsililación (nombre comercial: TMSI-H, fabricado por GL Sciences, Inc.) a la mezcla y luego se calentó y se agitó. Tras la dilución con hexano, se separó la materia sólida mediante filtración y se sometió el filtrado obtenido a análisis por cromatografía de gases según las siguientes condiciones.

Aparato: 6890N Network GC System, fabricado por Agilent Technologies

Columna: Ultra ALLOY-1 (MS/HT), fabricada por Frontier Laboratories Ltd., longitud 30 m x diámetro interno 0,25 mm x grosor de la película 0,15 μm

Detector: Detector de ionización de llama (FID)

Condición para el aumento de temperatura: 60°C (mantenida durante 2 minutos) \rightarrow 10°C/minuto \rightarrow 350°C (mantenida durante 15 minutos)

Temperatura de inyección: 300°C

Temperatura del detector: 350°C

Ejemplo de preparación 1

Se disolvió ácido monoesteárico de glicerina (contenido en monoglicérido: el 98% en masa) (300 g) a 90°C, se le añadieron 0,27 g de disolución acuosa de hidróxido de sodio al 48% en masa, y se agitó durante 30 minutos para obtener ácido monoesteárico de glicerina que contiene la cantidad de catalizador ajustada. El ácido monoesteárico de glicerina usado en este caso puede sintetizarse según el siguiente método.

Se alimentaron de manera continua glicerina que contiene hidróxido de calcio disperso, glicerina y aceite de palma hidrogenado a un reactor para tener una proporción de cantidad de flujo tal que la glicerina sea 0,9 mol por mol del grupo éster del aceite de palma hidrogenado y el hidróxido de calcio sea el 0,01% en masa por masa de aceite de palma hidrogenado y glicerina, y se dejó que se produjera la reacción a 250°C. Posteriormente, en condición de presión reducida, se realizaron la retirada de componentes con bajo punto de ebullición en la disolución de reacción y retirada por destilación de la glicerina sin reaccionar en la disolución de reacción. Posteriormente, se separó la mezcla que contiene monoglicérido como componente principal mediante destilación. Separando por destilación la glicerina restante de la mezcla separada, puede producirse el ácido monoesteárico de glicerina usado en el ejemplo de preparación 1.

Ejemplo de referencia 1

Se confirmó que cuando la etapa (ii) del método de producción de la presente invención se realiza usando ácido monoesteárico de glicerina (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., ácido monoesteárico de glicerol, contenido en monoglicérido: el 56% en masa) como material de partida, se suprime la descomposición del monoglicérido de modo que se obtiene una mezcla que tiene un alto contenido en monoglicérido de ácido graso.

A un matraz de cuatro bocas de 100 ml equipado con un agitador y un termómetro, se alimentaron 25,0 g del ácido monoesteárico de glicerina y 0,0026 g de hidróxido de calcio (fabricado por Kanto Chemical Co., Inc.) y se aumentó la temperatura hasta 100°C. Tras disolver el ácido monoesteárico de glicerina, se agitó dentro del matraz a 300 r/min de modo que el hidróxido de calcio pudiera también disolverse de manera homogénea.

Después de eso, se retiró el matraz del baño de aceite y se calentó solo el baño de aceite hasta 220°C. Tras confirmar que la temperatura del baño de aceite estaba estabilizada, se colocó el matraz en el baño de aceite y se aumentó la temperatura del contenido hasta 215°C mientras se agitaba dentro del matraz a 300 r/min. Una vez que la temperatura alcanzó 215°C, se paró temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis, que se usó como mezcla intermedia antes del enfriamiento.

Después de eso, se reanudó la agitación y se añadieron 25,2 g de glicerina (fabricada por Kishida Chemical Co., Ltd.), que se había precalentado hasta 100°C, durante cinco minutos mientras se realizó un control de modo que la velocidad para enfriar el contenido era casi constante con el tiempo. Durante y tras la adición de glicerina, se retiró parcial o completamente el matraz del baño de aceite. La velocidad de enfriamiento en ese momento permaneció constante durante y tras la adición de glicerina, que era de 8°C/min. Según la adición de glicerina, se enfrió la mezcla intermedia hasta 175°C.

Incluso tras la finalización de la adición de glicerina, continuó el enfriamiento hasta que la temperatura del contenido era de 140°C. Tras mantener a 140°C durante 30 minutos, se finalizó temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis de la fase superior, que se usó como mezcla final tras el enfriamiento. Como resultado de parar la agitación, el contenido se separó en fases. En la tabla 1, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

Ejemplo de referencia 2

A un matraz de cuatro bocas de 100 ml equipado con un agitador y un termómetro, se alimentaron 25,0 g del ácido monoesteárico de glicerina (ácido monoesteárico de glicerol fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., contenido en monoglicérido: el 56% en masa) y 0,0025 g de hidróxido de calcio (fabricado por Kanto Chemical Co., Inc.) y se aumentó la temperatura hasta 100°C. Tras disolver el ácido monoesteárico de glicerina, se agitó dentro del matraz a 300 r/min de modo que el hidróxido de calcio pudiera también disolverse de manera homogénea.

Después de eso, se retiró el matraz del baño de aceite y se calentó solo el baño de aceite hasta 220°C. Tras confirmar que la temperatura del baño de aceite estaba estabilizada, se colocó el matraz en el baño de aceite y se aumentó la temperatura del contenido hasta 215°C mientras se agitaba dentro del matraz a 300 r/min. Una vez que la temperatura alcanzó 215°C, se paró temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis, que se usó como mezcla intermedia antes del enfriamiento.

Después de eso, se reanudó la agitación y se retiró el matraz del baño de aceite o bien parcial o bien completamente de modo que la velocidad para enfriar el contenido era casi constante con el tiempo. La velocidad de enfriamiento era de 4°C/minuto en ese momento.

Continuó el enfriamiento hasta que la temperatura del contenido era de 140°C. Tras mantener a 140°C durante 30 minutos, se finalizó temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis, que se usó como mezcla final tras el enfriamiento. En la tabla 1, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

Ejemplo de referencia 3

A un matraz de cuatro bocas de 100 ml equipado con un agitador y un termómetro, se alimentaron 25,0 g del ácido monoesteárico de glicerina (ácido monoesteárico de glicerol fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., contenido en monoglicérido: el 56% en masa) y 0,0026 g de hidróxido de calcio (fabricado por Kanto Chemical Co., Inc.) y se aumentó la temperatura hasta 100°C. Tras disolver ácido monoesteárico de glicerina, se agitó dentro del matraz a 300 r/min de modo que el hidróxido de calcio pudiera también disolverse de manera homogénea.

Después de eso, se retiró el matraz del baño de aceite y se calentó solo el baño de aceite hasta 220°C. Tras confirmar que la temperatura del baño de aceite estaba estabilizada, se colocó el matraz en el baño de aceite y se aumentó la temperatura del contenido hasta 215°C mientras se agitaba dentro del matraz a 300 r/min. Una vez que la temperatura alcanzó 215°C, se paró temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis, que se usó como mezcla intermedia antes del enfriamiento.

Después de eso, se reinició la agitación y se retiró el matraz del baño de aceite o bien parcial o bien completamente de modo que la velocidad para enfriar el contenido era casi constante con el tiempo. La velocidad de enfriamiento era de 16°C/minuto en ese momento.

Continuó el enfriamiento hasta que la temperatura del contenido era de 140°C. Tras mantener a 140°C durante 30 minutos, se finalizó temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis, que se usó como mezcla final tras el enfriamiento. En la tabla 1, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

[Tabla 1]

	Ejemplo de referencia 1	Ejemplo de referencia 1	Ejemplo de referencia 1
Cantidad de alimentación de monoglicérido [g]	25,0	25,0	25,0
Cantidad de alimentación de glicerina [g]	25,2	0	0
Velocidad de enfriamiento [°C/minuto]	8	4	16
Proporción de descomposición de monoglicérido [% molar]	0,80	5,4	3,8

Ejemplo 1

- 5 Se confirmó que cuando el método de producción de la presente invención se realiza usando como material de partida el ácido monoesteárico de glicerina que se había obtenido del ejemplo de preparación 1, se suprime la descomposición del monoglicérido y se obtiene una mezcla que tiene un alto contenido en monoglicérido de ácido graso.
- 10 A un matraz de cuatro bocas de 100 ml equipado con un agitador y un termómetro, se alimentaron 25,0 g del ácido monoesteárico de glicerina que contiene la cantidad de catalizador ajustada tal como se obtuvo a partir del ejemplo de preparación 1 y se aumentó la temperatura hasta 100°C. Tras disolver las materias primas, se retiró el matraz del baño de aceite y se calentó solo el baño de aceite hasta 220°C. Tras confirmar que la temperatura del baño de aceite estaba estabilizada, se colocó el matraz en el baño de aceite y se aumentó la temperatura del contenido hasta
- 15 215°C mientras se agitaba dentro del matraz a 300 r/min. Cuando la temperatura alcanzó 215°C, se tomó una muestra para análisis como mezcla intermedia antes del enfriamiento.
- Después de eso, se reanudó la agitación y se añadieron 25,1 g de glicerina (glicerina purificada fabricada por Kao Corporation), que se había precalentado hasta 100°C, durante cinco minutos mientras se realizó un control de modo
- 20 que la velocidad de enfriamiento del contenido era casi constante con el tiempo. Durante y tras la adición de glicerina, se retiró parcial o completamente el matraz del baño de aceite. La velocidad de enfriamiento en ese momento permaneció constante durante y tras la adición de glicerina, que era de 8°C/min. Según la adición de glicerina, se enfrió la mezcla intermedia hasta 175°C.
- 25 Incluso tras la finalización de la adición de glicerina, continuó el enfriamiento hasta que la temperatura del contenido era de 140°C. Tras mantener a 140°C durante 30 minutos, se finalizó temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis de la fase superior como mezcla final tras el enfriamiento.

30 Como resultado de parar la agitación, el contenido se separó en fases. En la tabla 2, se muestran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

Ejemplo comparativo 1

- 35 A un matraz de cuatro bocas de 100 ml equipado con un agitador y un termómetro, se alimentaron 25,0 g del ácido monoesteárico de glicerina que contiene la cantidad de catalizador ajustada, que se había obtenido a partir del ejemplo de preparación 1, y se aumentó la temperatura hasta 100°C. Tras disolver las materias primas, se retiró el matraz del baño de aceite y se calentó solo el baño de aceite hasta 220°C. Tras confirmar que la temperatura del
- 40 baño de aceite estaba estabilizada, se colocó el matraz en el baño de aceite y se aumentó la temperatura del contenido hasta 215°C mientras se agitaba dentro del matraz a 300 r/min. Una vez que la temperatura alcanzó 215°C, se paró temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis como mezcla intermedia antes de la descomposición.
- Después de eso, se reanudó la agitación y se retiró el matraz del baño de aceite o bien parcial o bien
- 45 completamente de modo que la velocidad para enfriar el contenido era casi constante con el tiempo. La velocidad de enfriamiento era de 8°C/minuto en ese momento. Continuó el enfriamiento hasta que la temperatura del contenido era de 140°C. Tras mantener a 140°C durante 30 minutos, se finalizó temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis como mezcla final tras la descomposición. En la tabla 2, se enumeran las condiciones de
- 50 operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

Ejemplo comparativo 2

- 55 A un matraz de cuatro bocas de 100 ml equipado con un agitador y un termómetro, se alimentaron 25,0 g del ácido monoesteárico de glicerina que contiene la cantidad de catalizador ajustada tal como se obtuvo a partir del ejemplo de preparación 1 y 25,0 g de la glicerina (glicerina purificada fabricada por Kao Corporation) y se aumentó la temperatura hasta 100°C. Tras disolver las materias primas, se retiró el matraz del baño de aceite y se calentó solo el baño de aceite hasta 220°C. Tras confirmar que la temperatura del baño de aceite estaba estabilizada, se colocó

el matraz en el baño de aceite y se aumentó la temperatura del contenido hasta 215°C mientras se agitaba dentro del matraz a 300 r/min. Una vez que la temperatura alcanzó 215°C, se paró temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis como mezcla intermedia antes de la descomposición.

- 5 Después de eso, se reanudó la agitación, y tras mantener el contenido a 215°C durante 30 minutos, se paró temporalmente la agitación y se tomó una muestra para análisis de la fase superior como mezcla final tras la descomposición. Como resultado de parar la agitación, el contenido se separó en fases. En la tabla 2, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

10

[Tabla 2]

	Ejemplo 1	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2
Cantidad de alimentación de monoglicérido [g]	25,0	25,0	25,0
Cantidad de alimentación de glicerina [g]	25,1	0	25,0
Velocidad de enfriamiento [°C/minuto]	8	8	Sin enfriamiento
Proporción de descomposición de monoglicérido [% molar]	6,7	18	20

- 15 Basándose en los resultados de la proporción de descomposición de monoglicérido en el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 1, se encontró que la reacción inversa se suprime mediante la adición de glicerina, pero no se suprime solo mediante enfriamiento.

- 20 Basándose en los resultados de la proporción de descomposición de monoglicérido en el ejemplo comparativo 2, se encontró que la proporción de descomposición de monoglicérido se vuelve mayor sin el enfriamiento incluso cuando se añade glicerina (es decir, disminuye el contenido en monoglicérido de ácido graso).

Ejemplo 2

- 25 Según las mismas operaciones que en el ejemplo 1, se obtuvo una mezcla intermedia antes del enfriamiento.

- A la mezcla intermedia, se añadieron 12,5 g de glicerina (glicerina purificada fabricada por Kao Corporation), que se había calentado de antemano hasta 40°C, durante 0,3 minutos. Antes de añadir la glicerina, se retiró completamente el matraz del baño de aceite. La velocidad de enfriamiento en ese momento era de 130°C/minuto. La temperatura del contenido era de 175°C cuando se hubo añadido la glicerina.

- 30 Tras la finalización de la adición gota a gota, se finalizó la agitación. Como resultado de parar la agitación, el contenido se separó en fases. Se recogió una muestra para análisis de la fase superior y se usó como mezcla final tras la descomposición. En la tabla 3, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

Ejemplo 3

- Según las mismas operaciones que en el ejemplo 1, se obtuvo una mezcla intermedia antes del enfriamiento.

- 40 A la mezcla intermedia, se añadieron 25,0 g de la glicerina (fabricada por Kao Corporation, glicerina purificada), que se había calentado de antemano hasta 40°C, durante 0,5 minutos. Antes de añadir la glicerina, se retiró completamente el matraz del baño de aceite. La velocidad de enfriamiento en ese momento era de 130°C/minuto. La temperatura del contenido era de 150°C cuando se hubo añadido la glicerina.

- 45 Tras la finalización de la adición gota a gota, se finalizó la agitación. Como resultado de parar la agitación, el contenido se separó en fases. Se recogió una muestra para análisis de la fase superior y se usó como mezcla final tras el enfriamiento. En la tabla 3, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

Ejemplo 4

- Según las mismas operaciones que en el ejemplo 1, se obtuvo una mezcla intermedia antes del enfriamiento.

- 55 A la mezcla intermedia, se añadieron 125 g de la glicerina (fabricada por Kao Corporation, glicerina purificada), que se había calentado de antemano hasta 40°C, durante 2,6 minutos. Antes de añadir la glicerina, se retiró completamente el matraz del baño de aceite. La velocidad de enfriamiento era de 130°C/minuto hasta que la temperatura del contenido fuese de 140°C. Después de eso, se volvió difícil tener una velocidad de enfriamiento constante y la velocidad de enfriamiento se disminuyó gradualmente. Cuando finalizó la adición de glicerina, la

temperatura del contenido era de 90°C. La velocidad de enfriamiento global, producida por la adición de glicerina, era de 48°C/minuto.

Tras la finalización de la adición gota a gota, se finalizó la agitación. Como resultado de parar la agitación, el contenido se separó en fases. Se recogió una muestra para análisis de la fase superior y se usó como mezcla final tras el enfriamiento. En la tabla 3, se enumeran las condiciones de operación (cantidad de alimentación de monoglicérido o similar) y la proporción de descomposición de monoglicérido.

[Tabla 3]

	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4
Cantidad de alimentación de monoglicérido [g]	25,0	25,0	25,0
Cantidad de alimentación de glicerina [g]	12,5	25	125
Velocidad de enfriamiento [°C/minuto]	130	130	48 (130* ¹)
Proporción de descomposición de monoglicérido [% molar]	2,0	1,9	2,2

*1 Velocidad de enfriamiento cuando la temperatura de la mezcla era de 140°C o mayor.

Ejemplo 5 [Producción de mezcla que contiene monoglicérido de ácido graso]

Se usó el aparato de producción ilustrado en la figura 1. Cada línea oblicua ilustrada en la figura 1 indica un calentador con cinta helicoidal (RH).

<Etapa (i)>

A un recipiente de reacción 10 de cuatro bocas de 5 l equipado con un tubo de deshidratación-tubo de enfriamiento, un termómetro, un tubo para la introducción de gas nitrógeno además de un agitador 11, se añadieron 538 g de glicerina (fabricada por Kishida Chemical Co., Ltd.) y 1460 g de LUNAC S-70V (mezcla de ácidos grasos con número de átomos de carbono de 16 y 18; fabricada por Kao Corporation) [glicerina/ácido graso (proporción molar) = 1,1/1], se añadió 1,00 g de hidróxido de calcio (fabricado por Kanto Chemical Co., Inc.), y se aumentó la temperatura usando un calentador con revestimiento mientras se suministraba una corriente de nitrógeno a 20 ml/minuto en el espacio de la fase líquida.

Una vez que se disolvieron las materias primas, se agitó dentro del recipiente de reacción 10 a 300 r/min. Tras confirmar la descarga de agua en el tubo de deshidratación, se mantuvo durante 4 horas para dejar que se produjera la reacción. La temperatura final resultante era de 220°C. Basándose en el análisis por cromatografía de gases, se encontró que la concentración de ácido graso en el producto de reacción era del 1,2% en masa y la proporción del monoglicérido era del 55% en masa con respecto a la cantidad total de ésteres.

Se sometió el reactivo a transferencia en fase líquida por medio del conducto 10a a 2,5 g/min con ayuda de una bomba de émbolo 21. La glicerina que contiene el 0,05% en masa de hidróxido de calcio en un recipiente 12 se transportó en fase líquida a una cantidad de flujo de 2,5 g/min por medio del conducto 12a con la bomba de émbolo 22, y luego se mezclaron ambos flujos en el punto de mezclado entre el conducto 10a y el conducto 12a. Dos líquidos, tras mezclarse, se sometieron a un aumento de temperatura hasta 270°C y reacción en el tubo de precalentamiento y el tubo de reacción, respectivamente.

<Etapa (ii)>

A la salida del tubo de reacción, se conectó una tubería para la transferencia de glicerina, y la glicerina a 50°C contenida en un recipiente 13 se sometió a transferencia en fase líquida a una cantidad de flujo de 5 g/min por medio del conducto 13a con ayuda de una bomba de émbolo 23 de modo que se combine con la disolución de reacción. Se recuperó el líquido tras la combinación de la salida del tubo de enfriamiento. La temperatura del líquido a la salida del tubo de enfriamiento era de 142°C.

El tubo de precalentamiento tenía un diámetro interno de 1,8 mm x longitud de 2 m, el tubo de reacción tenía un diámetro interno de 4,4 mm x longitud de 1,5 m, y el tubo de enfriamiento tenía un diámetro interno de 1,8 mm x longitud de 1 m de tubo SUS316. Están conectados entre sí en serie, y el tubo de precalentamiento y el tubo de reacción estaban sumergidos en un baño de aceite. La temperatura del baño de aceite era de 270°C. La velocidad de enfriamiento era de 260°C/minuto.

<Etapa (iii)>

Como resultado de mantener el líquido recuperado que se había recuperado de la salida del tubo de enfriamiento, se

separó el líquido recuperado en fases. De la fase oleosa del líquido recuperado, se recogió una muestra para análisis. Basándose en el análisis por cromatografía de gases, se encontró que la proporción del monoglicérido en ese momento era del 69% en masa con respecto a los ésteres.

- 5 Como puede confirmarse a partir de la comparación con los resultados enumerados en la tabla 2, los resultados del ejemplo 5 indican que, realizando el método de producción de la presente invención, la proporción de descomposición de monoglicérido en una mezcla disminuye y el contenido en monoglicérido de ácido graso aumenta.

REIVINDICACIONES

1. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso a partir de glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado del grupo que consiste en ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos, que comprende:
 - (i) una etapa de obtener una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso calentando y haciendo reaccionar glicerina y un compuesto que tiene al menos un grupo acilo, seleccionado del grupo que consiste en ácidos grasos y glicéridos de ácidos grasos en presencia de un catalizador,
 - (ii) una etapa que comprende añadir glicerina, que es líquida y tiene una temperatura menor que la temperatura de la mezcla, a la mezcla para enfriar la mezcla, y
 - (iii) una etapa de separar la mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso de glicerina, obtenida en la etapa (ii), mediante la separación de fases.
2. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según la reivindicación 1, en el que una concentración de catalizador en la fase líquida se reduce añadiendo glicerina y se extrae el catalizador contenido en la mezcla intermedia.
3. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según la reivindicación 1 o 2, en el que la cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es 1 parte en masa o más y 1000 partes en masa o menos por 100 partes en masa de la mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso obtenida en la etapa previa.
4. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la velocidad de enfriamiento de la mezcla en la etapa (ii) es 1°C/minuto o mayor y 1000°C/minuto o menor.
5. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la cantidad de adición de glicerina en la etapa (ii) es 1×10^3 partes en masa o más y 1×10^9 partes en masa o menos por 100 partes en masa del catalizador usado en la etapa previa.
6. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la temperatura de reacción en la etapa (i) es 200°C o mayor y 400°C o menor.
7. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la temperatura de la glicerina que va a añadirse en la etapa (ii) es 0°C o mayor y 180°C o menor.
8. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la etapa (ii) es una etapa para mezclar la mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso y glicerina mientras se transportan continuamente de manera separada una de otra.
9. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la glicerina separada en la etapa (iii) se usa en la etapa (i) o la etapa (ii).
10. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el catalizador usado en la etapa (i) es un hidróxido de metal alcalino o un hidróxido de metal alcalinotérreo.
11. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la concentración de catalizador del catalizador usado en la etapa (i) es 1 ppm o más y 1000 ppm o menos.
12. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la mezcla se enfría añadiendo glicerina en la etapa (ii) hasta que la temperatura de la mezcla es 140°C o menor.
13. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el contenido en glicerina en la etapa (i) es 1,0 mol o más y 5,0 mol o menos por mol de un grupo acilo del compuesto que tiene un grupo acilo.

14. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el tiempo para la reacción entre glicerina y el compuesto que tiene un grupo acilo en la etapa (i) es 5 minutos o mayor y 12 horas o menor.

5

15. Método para producir una mezcla que comprende monoglicérido de ácido graso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que el método de separación de la etapa (iii) mediante la separación de fases es separación estacionaria.

10

FIG. 1

