

I. INTRODUCCIÓN.

1- DEFINICIÓN DE DESTILACIÓN.

(Ocon-Tojo, 1967)

Con el nombre de destilación se entiende la separación de los componentes de una mezcla líquida por vaporización parcial de la misma, de tal manera que la composición del vapor obtenido sea distinta de la composición del líquido de partida, resultando distinta también la composición del líquido residual.

La destilación es una operación básica de vital importancia en la industria, ya que permite separar los componentes de una mezcla líquida al estado de sus sustancias puras o al menos aproximarse a estas.

2- DESTILACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS: TEORÍA Y PRÁCTICA GENERAL.

(Bailey, 1961)

La destilación está ampliamente extendida en la industria de las grasas, comprendiendo operaciones que van desde el refinamiento físico de los ácidos para producción de ácidos grasos comerciales hasta operaciones en la industria oleícola como pueda ser la desodorización o el fraccionamiento de grasas comerciales.

Los ácidos grasos y sus monoésteres se pueden destilar fácilmente a presiones del orden de 1 a 5 mm de Hg y temperaturas de 200 a 235 °C. Mientras que la cristalización fraccionada y la extracción líquido-líquido efectúan la separación de los productos grasos de acuerdo con el grado de instauración relativo, el fraccionamiento por destilación lo hace casi enteramente según el peso molecular o la longitud de la cadena carbonada.

Los ácidos grasos cuya longitud de cadena es la misma muestran muy poca diferencia de volatilidad para diferentes grados de insaturación. Así pues, por ejemplo, es muy difícil separar por destilación los ácidos oleico y esteárico, aún en las columnas de laboratorio más eficaces, de este modo la operación de separación de estos dos compuestos no aparece como posible operación industrial.

Por otra parte, existen notables diferencias en la volatilidad de dos ácidos grasos cualesquiera con distinta longitud de cadena carbonada. Entre los límites de temperaturas en que la destilación es practicable, la presión de vapor de un ácido graso a una temperatura determinada se incrementa más del doble por cada disminución de dos átomos de carbono en la cadena carbonada.

La siguiente figura muestra la presión de ácidos grasos de distinta longitud de cadena.

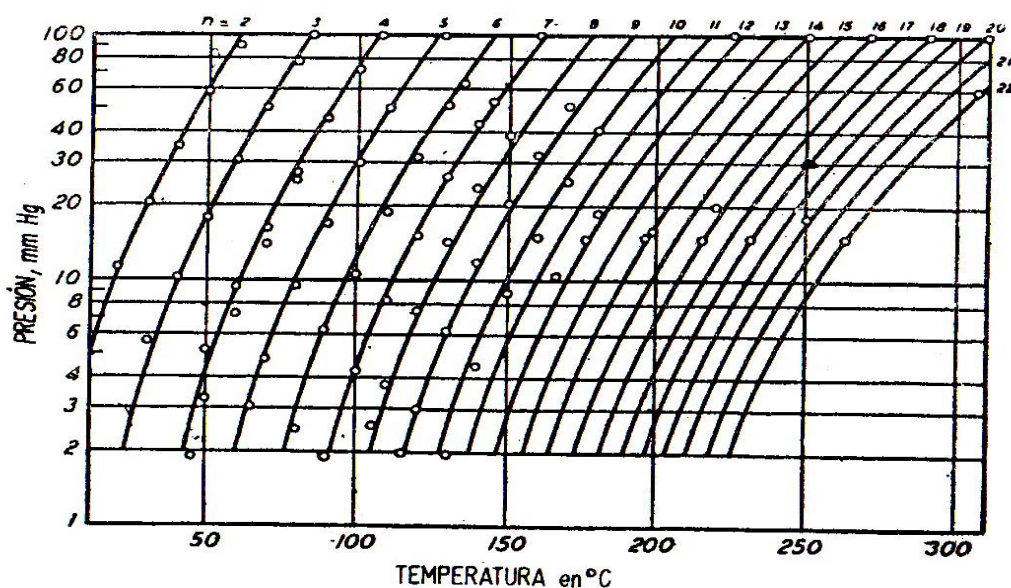


FIGURA 1.1. Presiones de vapor de los ácidos grasos (n = número de átomos de carbono de cada ácido) (Fuente: Bailey, 1961)

Aunque el fraccionamiento mediante destilación de una mezcla de ácidos grasos no se puede realizar tomando como base únicamente las

diferencias en la instauración, sucede que, en muchos casos la destilación de tales mezclas de ácidos procedentes de un aceite, da fracciones de muy distinto índice de yodo debido a la composición particular de dicho aceite, esto es, las fracciones obtenidas difieren considerablemente en su saturación. Así, por ejemplo, los ácidos saturados del aceite de algodón, soja y otros muchos aceites vegetales en los que uno de los componentes mayoritarios es el ácido palmítico, cuya cadena carbonada cuenta con 16 carbonos, al ser sometidos a destilación para separar ácidos grasos de dieciséis átomos de carbono y menores deja un residuo mucho más insaturado que la mezcla inicial. Los aceites de pescado se pueden fraccionar aún más extensamente considerando que los ácidos grasos muy insaturados contienen de 20 a 22 átomos de carbono y por tanto son fácilmente separables de los ácidos de 12, 16 y 18 átomos de carbono, considerablemente menos saturados.

A partir de los ácidos grasos del aceite de coco o de otras mezclas de ácidos grasos, que comprenden distintos ácidos saturados con cadenas carbonadas de diferente longitud se puede obtener fácilmente mediante el uso de destilación fracciones compuestas substancialmente de ácidos sencillos. De este modo se han preparado industrialmente los ácidos caprílico, caprícho, láurico, mirístico, palmítico y esteárico. Debe hacerse notar que el ácido esteárico obtenido por destilación fraccionada es algo distinto al ácido esteárico comercial ordinario, que contiene además una alta concentración de ácido palmítico.

En numerosos procesos, algunos de ellos empleados industrialmente, la destilación de ácidos grasos va precedida del tratamiento polimerizante de algunos compuestos relativamente insaturados con el fin de reducir su volatilidad.

3- **PURIFICACIÓN DE LOS ÁCIDOS GRASOS POR DESTILACIÓN.**

(Bailey, 1961)

Los ácidos grasos comerciales se preparan generalmente a partir de grasas de inferior calidad, incluyendo sebos y grasas muy coloreadas así como pastas de la neutralización de los aceites vegetales. Debido a esto los ácidos grasos procedentes de este material graso deben ser purificados. Esta purificación se lleva a cabo por destilación, la cual no sólo proporciona la eliminación de pigmentos y otras impurezas relativamente no volátiles, sino que separa también los ácidos del residuo del aceite sin hidrolizar que queda en la operación de desdoblamiento.

La destilación de los ácidos grasos se lleva a cabo bajo presión reducida y frecuentemente con la ayuda de vapor de borbotado a temperaturas comprendidas entre los 205 y los 235 °C. La temperatura máxima permisible depende principalmente de la posibilidad de polimerizado excesivo de los ácidos. Un producto muy insaturado no se puede destilar a temperaturas tan altas como cualquier otro cuyo grado de instauración sea menor. Los ácidos grasos de bajo peso molecular se destilan, como es evidente, a temperaturas inferiores a los de peso molecular elevado.

Los ácidos grasos a temperaturas elevadas son muy corrosivos frente al acero al carbono ordinario; por tanto han de utilizarse materiales adecuados que resistan la corrosión en el diseño de equipos de destilación.

4- **EQUIPOS DE DESTILACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS.**

(Bailey, 1961)

El tipo de aparato más sencillo utilizado para destilar ácidos grasos consiste en una caldera calentada a fuego directo equipada con una conexión de vapor recalentado y algún tipo de bomba de vacío.

Las instalaciones recientes están compuestas en su totalidad por aparatos de destilación continuos, los cuales presentan muchas ventajas frente a los dispositivos discontinuos, incluyendo mayor rendimiento en ácidos destilados. En la destilación continua el tiempo que los ácidos permanecen en el aparato es mucho menor, disminuyéndose de este modo el riesgo de deterioro y las pérdidas por polimerización. El residuo formado por grasas sin saponificar y ácidos grasos polimerizados se conoce como alquitrán de estearina y tiene algunas aplicaciones como son aislamientos eléctricos, pinturas industriales...

4.1- MÉTODO WECKER⁴.

El método Wecker es uno de los métodos más antiguos y satisfactorios de destilación continua de ácidos grasos. En el sistema Wecker, la vaporización de los ácidos se efectúa en una cámara parecida a una bandeja cerrada, plana y rectangular dividida interiormente en compartimentos, que se calientan desde abajo por medio de numerosos mecheros de gas. La carga se precalienta con vapor en un intercambiador de calor y fluye horizontalmente a través de los distintos compartimentos de la cámara, dispuestos en serie. En estos compartimentos se evaporan los ácidos grasos total o parcialmente, descargándose el residuo por el lado opuesto a la entrada, como alquitrán de estearina o carga parcialmente destilada. Este residuo pasa sucesivamente por un refrigerante hasta llegar a un tanque receptor, pasando posteriormente a la bomba de descarga.

El agente de borbotado, que se inyecta a cada uno de los compartimentos de la cámara de vaporización se compone de vapor húmedo producido por la unión del vapor recalentado con agua fría. Según esta patente se puede atomizar también agua fría en nitrógeno u otro gas inerte. El empleo de una niebla acuosa en vez de vapor saturado o sobrecalentado conduce a una agitación más violenta, aumentando la eficacia del borbotado.

En el aparato de Wecker, al igual que en otros aparatos para la destilación de ácidos, el flujo de vapor de la mezcla de ácidos grasos y vapor de agua se enfría primero parcialmente para condensar y separar los ácidos grasos y después para condensar el vapor. Las presiones de vapor del vapor de agua y los ácidos grasos son tan diferentes que no existen dificultades para su condensación selectiva, aunque el vapor de agua tiende a formar nieblas que arrastra ácidos en forma líquida después de haber sido condensados. Para ayudar a la separación mecánica del vapor y los ácidos arrastrados se han propuesto varios dispositivos. Los ácidos grasos separados se descargan a un tanque receptor desde el cual se bombean continuamente fuera del sistema. Éste se mantiene a bajo vacío por medio de una bomba de desplazamiento eficaz, colocada detrás del condensador de vapor.

El vacío que se consigue en los aparatos Wecker depende de la temperatura y presión del vapor de agua de condensación, debido a esto la presión absoluta no suele ser menor de 15 a 30 mm de Hg. El tiempo requerido para la operación oscila generalmente de 10 a 15 minutos.

Muchas instalaciones posteriores han empleado torres ordinarias de platos con platos y campanas de retención, calentando la carga y el vapor de borbotado por medio de vapor Dowtherm, sistema mucho más ventajoso que el calentamiento por fuego directo, dado que los vapores Dowtherm se pueden condensar a temperaturas sólo ligeramente superiores a las deseadas, evitando así el sobrecalentamiento y la polimerización de ácidos en las capas inmóviles o *puntos muertos*.

4.2- MÉTODO MILLS ⁵.

El proceso Mills para la destilación de ácidos grasos evita el empleo de borbotado mediante un precalentamiento de la carga en un calentador Dortherm, haciendo pasar el producto caliente a un alambique mantenido a una presión de 2 mm de Hg, donde se vaporiza en proporción del 70-80 %. La mezcla pasa a un segundo alambique con salidas de vapor conectadas al primero, donde vuelve a vaporizarse, consiguiendo de este modo recuperar hasta un 95 % de la carga. Las temperaturas precedentes se aplican a la operación continua del sistema. Al recircular en cierta medida la carga primaria y mayor medida la carga secundaria se consigue mantener el suficiente calor como para inducir a la mezcla a vaporización sin que la temperatura de ninguna de las dos cargas ascienda en exceso.

Una de las características especiales de este aparato consiste en un conducto de tiro central mediante el cual se descarga la mezcla entrante de líquido y vapores procedentes de los precalentadores y que obliga a ascender una corriente de líquido desde el fondo del aparato, llegando hasta una placa ubicada en la parte superior del tubo. Esto produce una cortina de líquido en forma de sombrilla entre los gases procedentes de la vaporización y la salida de vapores, lo cual sirve como separador de productos de gran eficacia.

Otra característica esencial del proceso es la estrangulación del flujo de líquido a la entrada de los precalentadores en vez de al lado de la descarga. La instalación se diseñó primeramente para destilación de ácidos grasos como una operación previa a su saponificación en la fabricación continua de jabón y su uso es cuestionado para ácidos grasos muy insaturados dadas las altas temperaturas a que trabaja.

La siguiente figura muestra el esquema simplificado del *aparato Mills*.

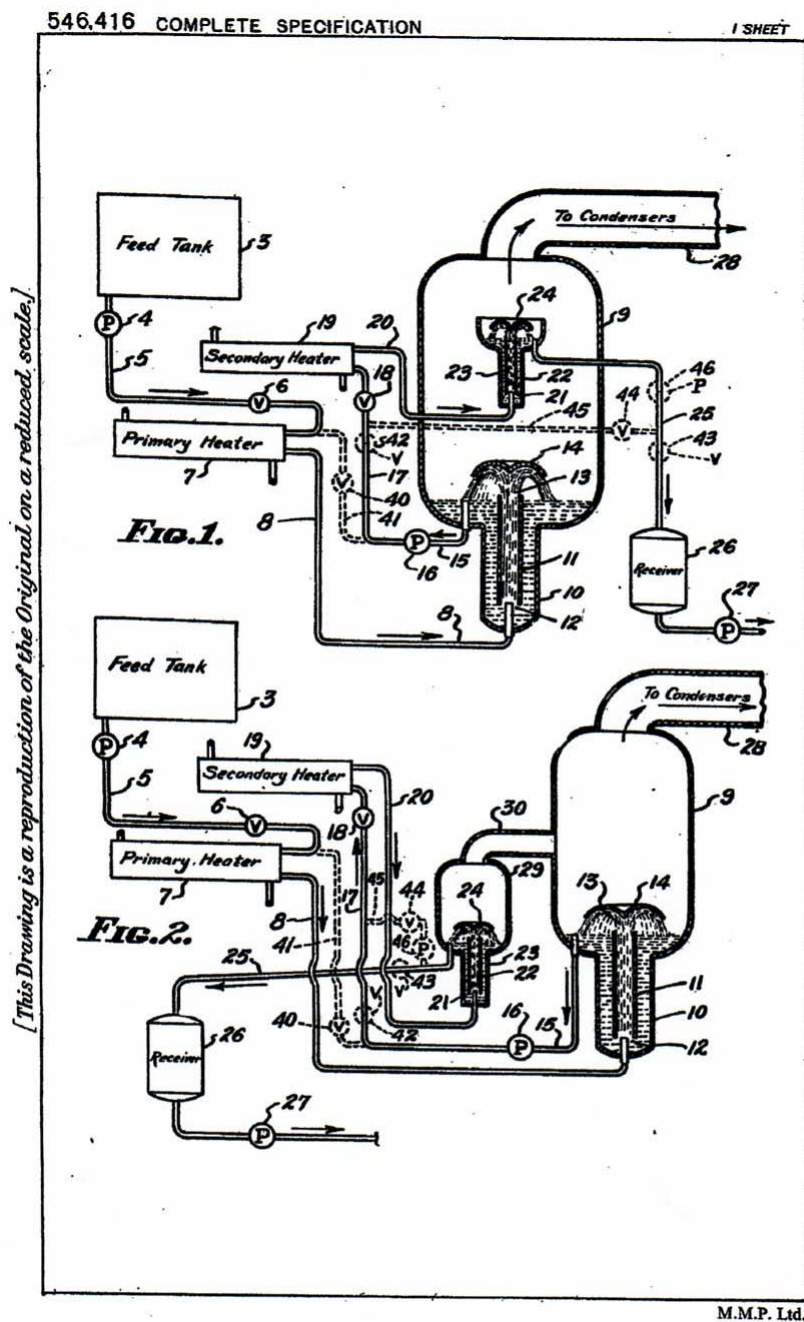


FIGURA 1.2. Esquema simplificado del aparato Mills ⁵.

5- DESTILACIÓN FRACCIONADA DE LOS ÁCIDOS GRASOS.

(Bernardini, 1981)

La creciente demanda de aceites comestibles de bajo punto de enturbiamiento por parte de la industria alimentaria y de aceites y grasas por parte de la industria química, textil, de neumáticos, detergentes y lubricantes está espoleando al sector industrial aceitero a la búsqueda de nuevos procedimientos de elaboración de grasas a fin de poder obtener, a partir de productos grasos de origen vegetal y animal, otros productos más seleccionados, de acuerdo con las demandas del mercado. Entre otros productos hay que citar:

- Aceites comestibles de bajo punto de enturbiamiento obtenidos a partir de aceite de palma, grasa de cerdo o grasas interesterificadas.
- Oleínas de alto índice de yodo.
- Ácido oleico.
- Estearina.
- Ácido esteárico.
- Margarina y *shortenings*.

Hasta hace algunos años el proceso de fraccionamiento se limitaba a la separación de los ácidos grasos insaturados de los saturados a partir de la mezcla de ácidos grasos destilados obtenidos del desdoblamiento y destilación del sebo. El proceso consistía en un enfriamiento lento de los ácidos grasos en determinadas condiciones de temperatura-tiempo con el fin de hacer cristalizar los ácidos grasos saturados. La torta sólida que se formaba se introducía en sacos filtrantes que se prensaban en prensas hidráulicas o continuas de tornillo a fin de separar los cristales de la grasa no cristalizada.

La carga es precalentada por el sistema Dowtherm y posteriormente se hace pasar por una pequeña torre de fraccionamiento a fin de separar una pequeña fracción de cabeza rica en sustancias odoríferas y coloreadas. Parte del destilado procedente del condensador de cabeza vuelve a la torre como reflujo y el restante se purga. En la torre se mantiene un vacío moderado por medio de un eyector de vapor de dos pasos, con un intercambiador intermedio barométrico. (Bailey, 1961)

La extracción lateral de esta torre, compuesta de la mayor parte de la carga original pasa a la torre fraccionadora principal, la cual se mantiene a una presión de 2 mm de Hg mediante un eyector de vapor de cuatro pasos, suministrándose el calor necesario para la operación de la columna por medio de un hervidor de fondo calentado por el sistema Dowtherm. El destilado de cabeza de la torre principal contiene los restantes componentes odoríferos y coloreados y vuelve, en parte, a la torre como reflujo; el resto se mezcla con la fracción de cabeza de la primera torre. Cerca de la cabeza de la torre principal se extrae, en forma líquida, la primera fracción de ácidos grasos, compuesta de los ácidos de carga, con punto de ebullición más bajo.

El producto de fondo de la torre principal se bombea a una tercera torre de vaporización, igualmente equipada con hervidor Dowtherm y mantenida a 2 mm de Hg. El producto de cabeza de esta torre constituye la segunda fracción de ácidos grasos, esto es, aquellos de mayores puntos de ebullición. El producto de fondo de la torre se bombea a una columna de borbotado que es en realidad la sección inferior de la primera torre. Posteriormente a la eliminación de los ácidos grasos remanentes se extrae el alquitrán como estearina.

Los condensadores de cabeza de las torres segunda y tercera se refrigeran con Dowtherm líquido, que circula en sistema cerrado y se enfría en un cambiador de calor tubular. (Bailey, 1961)

6- OTROS MÉTODOS DE SEPARACIÓN.

(Bailey, 1961)

Otros métodos de separación en los que se ven involucrados las grasas y ácidos grasos son, entre otros: la destilación molecular, que se aplica mayoritariamente en la concentración de vitaminas A y E a partir de aceites de pescado; la cromatografía, comúnmente utilizada en laboratorio y que permite una alta selectividad de sustancias y métodos químicos de separación, por ejemplo mediante el empleo de oxidaciones.

Bibliografía:

[1] Alton E. Bailey (1961) Aceites y grasas industriales: obra indispensable a químicos e ingenieros interesados en la producción y fabricación de aceites y grasas, Reverté.

[2] E. Bernardini (1981) Tecnología de aceites y grasas.

[3] Joaquín Ocón García, Gabriel Tojo Barreiro (1967) Problemas de Ingeniería Química. Operaciones básicas.

[4] Patent specification No. 1585/39 523,910; by The Protector & Gamble Company

[5] Patent specification No. 341/41 546,416; by The Protector & Gamble Company