



187598

EB. =

187598

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de Invención, por veinte años, por: = PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR ZUMOS O JUGOS VEGETALES = a favor la r. s. Svenska Sockerfabriks Aktiebolaget; residente en Malmö (Suecia) Fersens väg número 9. ==

El presente invento se refiere a un procedimiento para purificar zumos o jugos vegetales y en particular para la precipitación de las impurezas coloidales contenidas en los zumos obtenidos de las remolachas en las fábricas de azúcar de remolacha, aunque el invento puede aplicarse también en otras industrias que trabajan disoluciones extraídas de plantas distintas a la remolacha.

El principal objeto del invento es facilitar la separación mediante filtración o similar, de las impurezas precipitadas del zumo o de la disolución de los extractos. Otros objetos y más específicos del invento los deducirán fácilmente los entendidos en la materia por la siguiente explicación.

La extracción de la azúcar -sacarosa- de las remolachas azucareras se realiza generalmente del siguiente modo: la remolacha se limpia, se lava con agua y se corta en rebanadas delgadas. Por medio del agua se extrae el azúcar de las rebanadas en una batería de difusores. Se obtiene una disolución acuosa de color oscuro -zumo bruto- que junto con azúcar contiene otras varias sustancias deriva_

187598

2. -



das de las remolachas como son sales de potasio y sodio de ácidos orgánicos, betaina, pectinas y proteínas y sustancias de color oscuro. Al zumo bruto se le agrega luego cal bien en forma de cal viva o de lechada de cal -defecación seca o húmeda- para precipitar no solo las sales de calcio poco solubles de ácidos orgánicos e inorgánicos, sino también la mayor parte de las pectinas y proteínas. La mezcla del zumo bruto y de la cal agregada se llama zumo de defecación. Este zumo de defecación se calienta, después de lo cual se introduce gas ácido carbónico -primera carbonatación, llamada también primera saturación- para precipitar la cal como carbonato de calcio. Al mismo tiempo las pectinas y proteínas restantes se precipitan tan completamente como es posible. La mayor parte de las sustancias de color oscuro queda también eliminada. La disolución espumosa obtenida por esta primera carbonatación se llama zumo de nata. El zumo de nata o de espuma se filtra, con lo que se obtiene los lodos y el zumo de la primera carbonatación o saturación. La precipitación de las impurezas es más completa cuando la alcalinidad titulable del zumo de la primera carbonatación corresponde a unos 0,08 gramos de CaO por 100 mililitros con fenolftaleína como indicador-. En la industria azucarera las alcalinidades se expresan siempre en esta unidad. El zumo de la primera carbonatación contiene disuelta cal en la forma de sacarato de calcio. En una segunda carbonatación o en la llamada saturación, la cal se precipita por medio de ácido carbónico en forma de carbonato de calcio, que se separa por filtración, gracias a lo cual se obtiene el zumo de la segunda carbonatación o saturación. La precipitación es de ordinario más eficaz cuando la alcalinidad del zumo de la segunda saturación corresponde a 0,015-0,020 gramos de CaO por 100 mililitros (la alcalinidad óptima de la segunda saturación). El zumo de la segunda saturación es un líquido claro, más o menos amarillo. En un evaporador de múltiple efecto se le evapora en un zumo espeso. El zumo espeso se evapora en evaporadores al vacío, gracias a lo cual

187598

3. -



5 cristaliza una gran parte del azúcar disuelto. En centrífugas se se-
para de las aguas madres el azúcar cristalizada. Este azúcar se
obtiene en forma de azúcar bruto, constituido por cristales de azú-
car relativamente puro envueltos por una capa pardo-amarillenta de
aguas madres.

10 El azúcar bruto se purifica -refina- en refineries, de
suerte que se obtiene azúcar blanco para consumo directo. El azúcar
bruto debe poseer el menor color posible, ya que por regla general
se refina más fácilmente un azúcar bruto claro que uno de color más
oscuro. Los azúcares brutos claros se obtienen si los zumos purifica-
dos del azúcar bruto en la fabricación poseen el menor color posible.
15 El color de los zumos purificados se influencia por la composición
química de las remolachas y por el método seguido para realizar el
proceso de purificación del zumo (la defecación y la primera satura-
ción o carbonatación). El indicado proceso debe llevarse a la prác-
tica de tal modo que los zumos resulten tan claros e incoloros como
sea posible. Sin embargo, al mismo tiempo debe dicho proceso condu-
cirse de modo que el lodo formado se separe por filtración lo más
rápidamente posible, ya que de otro modo la instalación requerida de
20 filtros resultaría innecesariamente voluminosa y costosa. El requi-
sito de que el lodo sea bien filtrable es de gran importancia, en
especial cuando se emplean filtros automáticos agitadores, lo que
conviene atendiendo al ahorro de trabajo. Por delante de los filtros
automáticos se intercalan de ordinario concentradores, en los que el
25 lodo se concentra a un volumen menor de zumo, en tanto que una gran
parte del mismo se saca de los concentradores directamente a la se-
gunda saturación como zumo claro. Únicamente la mezcla concentrada
del lodo es la que se envía a los filtros automáticos. Procediendo
de este modo los indicados filtros recibirán menor carga que si toda
30 la cantidad de zumo carbonatado tuviese que ser filtrada por ellos.
Los concentradores son frecuentemente de forma de filtros automáti-



cos de una construcción simplificada, aunque algunas veces se cons-
truyen como aparatos de precipitación, en los que el lodo se concen-
tra por sedimentación. En el último caso es necesario que el lodo se
sedimente rápidamente, ya que de lo contrario los aparatos de sedi-
5 mentación requeridos resultarían excesivamente voluminosos.

El procedimiento de purificación del zumo se ha sometido
a múltiples investigaciones y en el decurso de los años se han intro-
ducido grandes y diversas modificaciones. El siguiente es uno de los
procedimientos mejores hasta ahora conocidos. El zumo bruto se defeca
10 previamente por una pequeña cantidad de lechada de cal. Según un mé-
todo indicado por Dedek, la predefecación se lleva a cabo como sigue.
Al zumo bruto se le agrega sucesivamente pequeñas cantidades, ordina-
riamente iguales, de lechada de cal, hasta que la alcalinidad del
zumo defecado corresponde a proximamente 0,2 a 0,3 gramos de CaO por
15 100 mililitros. El zumo no se calienta durante la predefecación y su
temperatura (unos 40° C) es la misma que cuando el zumo abandona la
batería de difusión (predefecación húmeda fría). Al zumo predefecado
se le agrega ahora de una vez tanta lechada de cal que la alcalinidad
se eleve a 1,0-1,3 gramos de CaO por 100 mililitros. La temperatura
20 se mantiene hasta ahora a unos 40° C (defecación principal húmeda
fría). El zumo resultante se calienta a unos 85° C y se carbonata
con ácido carbónico del modo usual. Este procedimiento de purifica-
ción del zumo produce generalmente zumos cuyo color es verdaderamen-
te satisfactorio. La filtrabilidad del lodo es también mejor que
25 cuando se emplean métodos más antiguos y más primitivos. En Suecia,
sin embargo, mediante experiencias se ha comprobado que el lodo no
es tan fácilmente filtrable que sea recomendable económicamente el
empleo de filtros automáticos revolvedores.

El presente invento se refiere a un procedimiento de puri-
30 ficación del zumo, particularmente para purificar zumo bruto de re-
molachas azúcareras, por medio del cual se obtiene un lodo filtra-
ble con extraordinaria facilidad en la primera carbonatación. El

187598

5. -



color del zumo purificado no es apreciablemente más oscuro que cuando se emplea el método Dedek. El invento se basa en las consideraciones y experimentos siguientes.

Las sustancias coloidales que se han de separar por defecación, carbonatación y filtración, comprenden pectinas y proteínas. En una disolución alcalina estas sustancias están cargadas negativamente y así pueden precipitarse por iones de calcio cargados positivamente. El zumo predefecado antes es de una alcalinidad tan elevada y contiene tanta cal que los coloides se precipitan relativamente por completo. El precipitado resultante es sin embargo muy difícil de filtrar a causa de su carácter coloidal. La cal agregada en la operación principal defecante y transformada en carbonato cálcico en la primera carbonatación, sirve de auxiliar de filtro y absorbe también algunas impurezas, con lo que se logra otra purificación. El lodo está constituido por una mezcla mecánica de coloides precipitados y carbonato cálcico entre otras sustancias. El carbonato cálcico como tal es fácilmente filtrable, pero los coloides precipitados a causa del tamaño pequeño de sus partículas y de su naturaleza gelatinosa tienen tendencia a complicar la filtración. Estas dificultades pueden eliminarse si los coloides precipitados y los cristales de carbonato cálcico pudieran combinarse en agregados mayores de manera que se obtuviese un precipitado más grueso y más fácilmente filtrable.

En el procedimiento ordinario de purificar el zumo la indicada combinación de coloides precipitados y de cristales de carbonato cálcico es imposible por las siguientes razones. Los coloides están constituidos por pectinas y proteínas. Las pectinas comprenden moléculas de ácido galacturónico y las proteínas, aminoácidos. Ambas sustancias contienen grupos carboxilo que están ionizados en disolución alcalina, de modo que las sustancias forman iones de carga negativa. Pero la carga negativa de estos iones está neutralizada por los iones calcio agregados en la operación defecadora y ésta es la razón por

187598

6. -



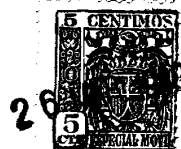
que las sustancias coloidales se precipitan en forma de pequeñas partículas gelatinosas que generalmente están sin carga. Consiguientemente no pueden adsorberse sobre los cristales de carbonato cálcico que pueden considerarse como cargados positivamente.

5 Si se introduce ácido carbónico de modo que no solamente la cal agregada en la operación principal defecadora, sino también al menos parte de la cal que de otro modo neutraliza los iones de pectina y proteína, se precipite en forma de carbonato cálcico, las partículas coloidales precipitadas se cargaran negativamente y podrán ser
10 adsorbidas sobre los cristales de carbonato cálcico, de suerte que puedan formarse agregaciones de cristales de carbonato cálcico y de partículas coloidales precipitadas. Será muy conveniente llevar a cabo la carbonatación hasta que se logre la alcalinidad (inferior a 0,025 gramos de CaO por 100 mililitros), con la que el carbonato cálcico es lo menos soluble, esto es hasta que se haya alcanzado la al-
15 calinidad óptima (0,015 a 0,020 gramos de CaO por 100 mililitros) de la segunda carbonatación. Esta carbonatación hasta una alcalinidad inferior a aquella, a la que la precipitación de los coloides se encuentra en su grado óptimo, se llama sobresaturación. El peligro de que
20 los coloides se vuelvan a disolver por esta sobresaturación es relativamente pequeño, debido al hecho de que los coloides se precipitan por la operación defecadora en una forma practicamente irreversible.

Mediante experimentos se ha demostrado que se forman fácilmente agregaciones de coloides precipitados y de cristales de carbonato cálcico cuando se sobresatura el zumo de nata o espuma. Pero como los conglomerados se mantienen juntos solamente por fuerzas eléctricas, pueden deshacerse si se eleva nuevamente la alcalinidad al
25 valor óptimo de la primera saturación. Es por consiguiente necesario o conveniente estabilizar los conglomerados de una u otra manera. Esto puede hacerse por ejemplo agregando zumo bruto al zumo sobresaturado, después de lo cual la mezcla obtenida se predefeca, defeca y
30

187598

7. -



carbonata del modo usual. El resultado es que los coloides del zumo
bruto agregado se precipitan sobre los conglomerados y los aprisionan
entre sí. Si se repite el procedimiento de la sobresaturación, etc.,
los conglomerados ganan de tamaño y finalmente se obtiene un lodo fil-
5 trable con suma facilidad. No se excluyen del objeto del invento otros
procedimientos para estabilizar los conglomerados y deben entenderse
comprendidos dentro del mismo invento.

El siguiente experimento de laboratorio se aduce como ilus-
tración del asunto de que nos ocupamos. Zumo bruto de una fábrica de
10 azúcar se predefecó con lechada de cal a 40° C según el método de
Dedek hasta una alcalinidad de 0,35 gramos de CaO por 100 mililitros.
En la operación principal defecadora se agregó lechada de cal a 40° C
hasta una alcalinidad de 1,15 gramos de CaO por 100 mililitros, des-
pués de lo cual el zumo de la defecación se calentó a 85° C y se car-
15 bonató a una alcalinidad de 0,087 gramos de CaO por 100 mililitros.
Así se obtuvo la muestra número 1, correspondiente a un zumo de nata
producido del modo usual. La carbonatación se continuó hasta una al-
calinidad de 0,019 gramos de CaO por 100 mililitros. Al zumo sobre-
saturado así obtenido se agregó un volumen igual de zumo bruto, con
20 lo que la temperatura se redujo a 63° C. La mezcla se predefecó se-
gún el método de Dedek, se defecó a una alcalinidad de 0,60 gramos
de CaO por 100 mililitros, se calentó a 85° C y se carbonató a una
alcalinidad de 0,078 gramos de CaO por 100 mililitros. Así se obtuvo
la muestra número 2. El procedimiento (sobresaturación, adición de
25 zumo bruto, predefecación, defecación principal, caldeo, primera car-
bonatación) se repitió varias veces, con lo que se obtuvieron las
muestras números 3, 4, 5 y 6.

Las propiedades del zumo de espuma se caracterizaron con
auxilio de los siguientes métodos de ensayo.

30 Se midió la capacidad de sedimentación del lodo, después
que el zumo de espuma se vertió en un cilindro de cristal, observan-



do el movimiento descendente de la superficie superior de la capa de lodo. Por el coeficiente de sedimentación S se señala la velocidad de sedimentación en centímetros por minuto desde el comienzo de la sedimentación. S debe ser lo más elevado posible.

La filtrabilidad del lodo se examinó filtrándolo a través de un papel de filtro con una superficie de 2 centímetros cuadrados a un vacío de 40 centímetros de Hg. Por el coeficiente de filtración F_k se señala el tiempo en segundos requerido para conseguir que el volumen de zumo filtrado aumente desde 2 a 4 cm^3 . Según esto los primeros dos centímetros cúbicos que pasan por el filtro no se tuvieron en cuenta. F_k deberá ser lo más bajo posible.

El color del zumo de carbonatación, esto es su capacidad absorbente de la luz se midió después que el pH del zumo filtrado se ajustó a 7 por medio de ácido diluido. La medición se efectuó en un fotómetro de Pulfrich con filtro de color S47, por cuya razón el centro óptico de gravedad de la luz empleado se hallaba alrededor de 4.630 Angström. El resultado de la medición se expresó como coeficiente de extinción decádica -a- en un espesor de capa de 1 cm., y una concentración calculada del zumo de 1 gramo de sustancia seca por mililitro. -a- debe ser lo más baja posible.

Muestra No.	1	2	3	4	5	6
S	2,2	2,2	2,7	3,6	3,4	4,4
F_k	12,1	7,0	3,6	2,9	2,1	2,9
1000 x a	689	781	698	688	617	677

En otros experimentos se alcanzaron valores de F_k de 1,1 a 1,7.

En la práctica el principio del invento puede utilizarse de varias maneras y con objeto de ilustrarlo vamos a dar dos ejemplos a continuación, refiriéndonos a los adjuntos dibujos, en los que las figuras 1 y 2 ilustran esquemáticamente uno y otro respectivamente de



estos ejemplos. **187598**

Refiriéndonos primeramente a la figura 1, en la caldera de predefecación 1 se efectúa la predefecación agregando cal en pequeñas porciones a los diversos compartimientos de la caldera. La alcalinidad final en el último compartimiento se mantiene por ejemplo a 0,5-0,6 gramos de CaO por 100 mililitros. En el precalentador 2 se calienta el zumo predefecado, por ejemplo a 85° C. En el tanque de carbonatación 3 se carbonata parte del zumo predefecado con ácido carbónico hasta una alcalinidad de por ejemplo 0,15 gramos de CaO por 100 mililitros. El zumo de espuma carbonatado corre desde el tanque 3 al primer compartimiento de la caldera 1, donde se mezcla con zumo bruto. Las agregaciones de colbides y carbonato cálcico, formadas durante la carbonatación en el tanque 3, se estabilizan del modo antes descrito, durante la predefecación en la caldera 1. El resto del zumo predefecado se somete luego a una defecación final en la caldera principal de defecación 4 y se somete a la primera carbonatación en el tanque carbonatador 5 del modo usual hasta una alcalinidad de próximamente de 0,080 gramos de CaO por 100 mililitros, después de lo cual el zumo se hace correr a la instalación de filtros.

Al presente el invento se lleva a la práctica con éxito en una fábrica sueca de azúcar bruto en conformidad con el ejemplo ilustrado en la figura 2. Como aquí se ilustra, la predefecación se realiza en una caldera 6 provista de varios compartimientos sucesivos, por ejemplo 8, en el primero de los cuales el zumo bruto se mezcla con preferentemente un volumen igual de zumo sobresaturado procedente de un tanque de carbonatación 10. En este compartimiento no se agrega lechada de cal. En los otros compartimientos se agrega lechada de cal de modo que la alcalinidad del zumo aumente sucesivamente en concordancia con el método conocido de Dedek. Cuando abandona a la caldera de predefecación 6 el zumo posee una alcalinidad de preferentemente 0,2-0,2³ gramos de CaO por 100 mililitros. El zumo se ca

187598

10. -



lenta ahora en un calentador 7 a la temperatura de 80-85° C y corre a una caldera 8 de defecación principal, en la cual se agrega cal viva (no apagada) en tal cantidad que se aumente la alcalinidad del zumo preferentemente a 0,7-0,8 gramos de CaO por/100 mililitros. El zumo así defecado se hace correr a un tanque de carbonatación 9 y cuando corre a ese tanque puede el zumo calentarse a unos 90° C en un segundo calentador (no ilustrado) acoplado entre la caldera 8 y el tanque 9. En este tanque 9 se carbonata el zumo del modo usual con ácido carbónico, de suerte que por esta carbonatación se reduzca la alcalinidad del zumo a próximamente 0,08 gramos de CaO por 100 mililitros. Parte (preferentemente la mitad) del zumo de espuma del tanque de carbonatación 9 se hace correr al tanque de carbonatación 10 y aquí se carbonata con ácido carbónico de manera que se reduzca la alcalinidad a, por ejemplo, unos 0,03 gramos de CaO por 100 mililitros. El zumo así sobresaturado se retorna al primer compartimiento de la caldera de predefecación 6 y deberá en cantidad corresponder al suministro continuo de zumo bruto al indicado compartimiento. El resto del zumo de espuma del tanque de carbonatación 9 se envía a la instalación de filtros.

El principio antes explicado para precipitar coloides cargados negativamente en una forma fácilmente filtrable, puede por lo demás emplearse también cuando se trata de purificar disoluciones conteniendo coloides distintas al zumo bruto de remolachas azucareras, por ejemplo cuando se hayan de purificar extractos de otras plantas.



La presente patente, consta de las siguientes reivindicaciones:

1. - Procedimiento para purificar zumos o jugos vegetales o extractos de remolachas azucareras o de otras plantas por precipitación de los coloides contenidos en el zumo o extracto gracias a la adición de cal (defecación) y a precipitar luego la cal como carbonato cálcico por medio de ácido carbónico (carbonatación) en presencia de los coloides precipitados, caracterizado por el hecho de que la alcalinidad del zumo o extracto o de parte del mismo se ajusta durante la carbonatación a un valor suficientemente bajo (sobresaturación) con objeto de lograr que los coloides precipitados presentes se carguen negativamente y consiguientemente formen agregaciones con los cristales precipitados de carbonato cálcico, gracias a lo cual se facilita la separación de los precipitados y del zumo.

2. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque antes de separar los precipitados, los agregados que han formado los coloides precipitados con los cristales de carbonato cálcico precipitado por efecto de la sobresaturación, se estabilizan precipitando sobre los coloides una nueva cantidad de zumo o extracto gracias a la adición de cal (defecación).

3. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque el zumo o extracto o parte del mismo, en presencia de agregaciones formadas durante una sobresaturación seguida a una primera defecación, se somete a una segunda defecación y a una segunda sobresaturación antes de separar los precipitados.

4. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 á 3, caracterizado porque la segunda defecación y la segunda sobresaturación en presencia de las agregaciones formadas durante la sobresaturación siguiente a la primera defecación, se siguen de una

187598

12. -



1949

o varias defecaciones o sobresaturaciones antes de separar los precipitados.

5. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 4, caracterizado porque se suministra continuamente zumo de un proceso continuo de defecación de zumo a otro proceso continuo de sobresaturación y porque continuamente corre zumo desde este proceso juntamente con las agregaciones formadas en él al proceso continuo de defecación.

6. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 5, en el que el zumo se somete a un proceso defecador dividido en una predefecación y en una defecación principal, y luego a un proceso de carbonatación, en el que la alcalinidad del zumo no se reduce sustancialmente por bajo del valor óptimo (generalmente alrededor de 0,08 gramos de CaO por 100 mililitros) para la precipitación de las impurezas coloidales en el zumo, caracterizado porque el zumo predefecado antes de la defecación principal se somete a una sobresaturación, por la cual la alcalinidad del zumo se reduce a un valor esencialmente menor que en la saturación siguiente a la defecación principal.

7. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 6, caracterizado porque la sobresaturación se práctica hasta una alcalinidad inferior a 0,025 gramos de CaO por 100 mililitros y con preferencia será de unos 0,015 a 0,020 gramos de CaO por 100 mililitros.

8. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, en que el zumo se somete a un proceso defecador (dividido preferentemente en una predefecación y en una defecación principal según el método de Dedek ya conocido) y luego a un proceso de carbonatación, en que la alcalinidad del zumo no se reduce esencialmente por bajo del valor óptimo (generalmente unos 0,08 gramos de CaO por 100 mililitros) para la precipitación de las impurezas coloidales en el zumo,

187598

13. -



5 caracterizado por el hecho de que parte del zumo del indicado proceso de carbonatación, antes de separar en él las impurezas precipitadas, se somete a un proceso de sobresaturación, en que la alcalinidad se reduce a un valor esencialmente menor, por ejemplo, a 0,03 gramos de CaO por 100 mililitros, y luego se vuelve al proceso de defecación mientras que simultáneamente se suministra también nuevo zumo a este proceso, enviándose a una instalación de filtros para ser filtrado, el resto del zumo carbonatado del primer proceso de carbonatación.

10 9. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 8, caracterizado porque se sobresatura una mitad del zumo carbonatado de la primera carbonatación y luego se mezcla con un volumen igual de zumo nuevo y se vuelve al proceso de defecación.

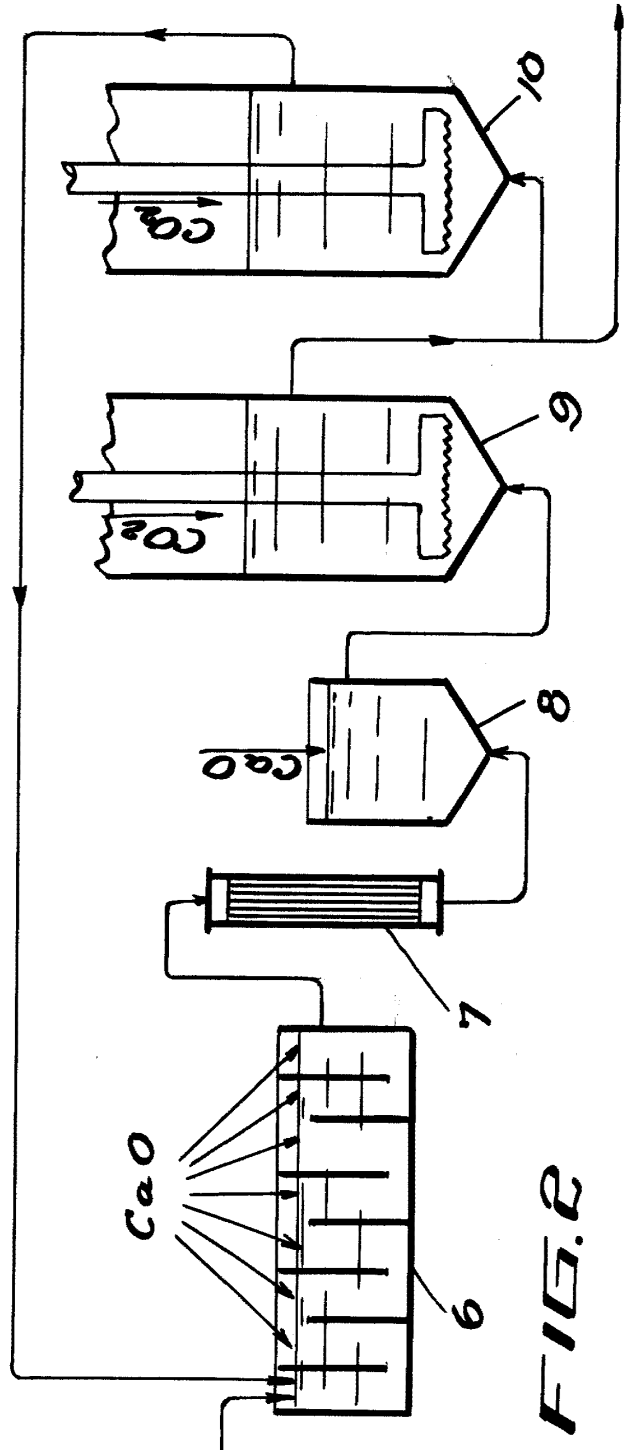
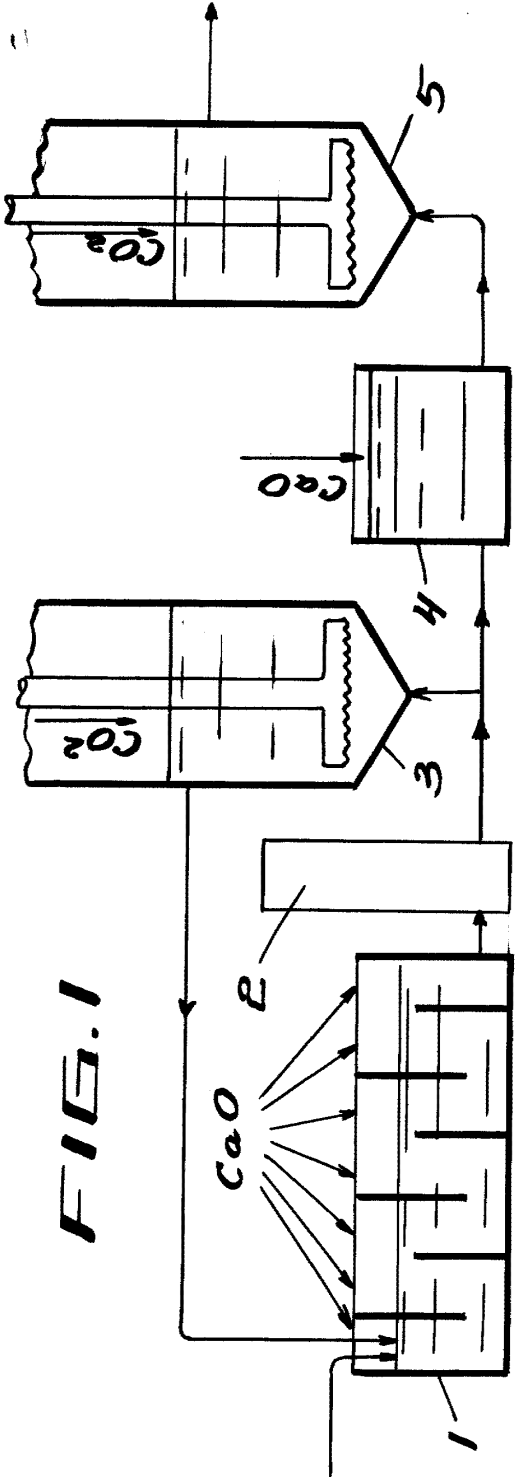
15 10. - Procedimiento para purificar zumos o jugos vegetales. Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

La cual consta de trece hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 26 de Marzo de 1949. -



187598



ESCALA VARIABLE

Clude