

I



201820

Memoria Descriptiva

para

una patente de Invencion, por
veinte años, en España,

a favor de

E.F. Drew & Co. Inc.,

- sociedad norteamericana -

residente en

New York. N.Y. (Estados Unidos de América del Norte
15, East 26th Street

por:

" METODO DE FABRICACION DE MANTECA DURA "



1 -

201820

El presente invento se refiere a grasas vegetales comestibles y más particularmente a un tipo conocido en el comercio como manteca dura.

5 Las composiciones de este tipo son ésteres de glicéridos de ácidos grasos elevados, que son sólidos a la temperatura ordinaria del local. Se emplean como ingredientes en composiciones tales como cremas para repostería y para recubrimientos o capas para confitería como bombones o similares con envoltura de chocolate.

10 También se los emplea en varias composiciones para aplicaciones comestibles. Las propiedades que necesariamente ha de tener un producto de esta clase, son importantes y las determinaciones que de las mismas se han hecho, son relativamente rígidas. Los procedimientos antes seguidos para la producción de estas mantecas no han sido completamente satisfactorios, ya que el procedimiento ordinario de esterificación no conduce por sí mismo a la fácil reproducción de los resultados, de suerte que no se han logrado las propiedades requeridas. Además se producían también diversas pérdidas debidas a la manera de operar y se tropezaba con otras dificultades durante las operaciones.

20 El presente invento tiene por objeto y se presta para vencer las dificultades inconvenientes inherentes a los procedimientos de la técnica anterior, siendo uno de los objetos del presente invento proporcionar un procedimiento para la esterificación de ácidos grasos elevados con glicerina, mediante el cual se obtiene una manteca dura que se adapta

25



2 - 201820

muy bien para emplearse en capas de pastelería, confitería, bombonería y otros comestibles de diversos tipos.

5 Constituye también otro objeto del presente invento el proporcionar un procedimiento que pueda controlarse fácilmente y que pueda de un tiempo a otro conducirse sin ninguna dificultad para lograr esencialmente idénticos resultados en la manteca dura acabada.

10 También es un objeto del presente invento el proporcionar un procedimiento que da por resultado un producto suave, de punto de fusión relativamente elevado, que se funde rápidamente en la boca para dejar libre un líquido fluído y que esencialmente está libre de crasitud a la temperatura elevada y que también sin necesidad de masticarse se deshaga en la boca.

15 También entre los objetos del presente invento es el de proporcionar un procedimiento que reduce a un mínimo las pérdidas de los componentes durante la operación, que reduce a un mínimo el tiempo necesario para el proceso, reduce las pérdidas posteriores en el refinado y de un producto que se blanquea más fácilmente.

20 En la práctica del presente invento se prepara una mezcla de ácidos grasos, de la cual el ácido láurico es el componente mayor y la cual contiene una cantidad importante de ácido mirístico. La composición ácida contiene también en muchos casos una cantidad relativamente pequeña de ácidos grasos de un tipo de aceite como el de coco con 8 y 10 átomos de carbono, y una cantidad ligeramente mayor de ácidos grasos de un aceite con 16 y 18 átomos de carbono.

25 La mezcla de ácidos grasos se adiciona con una cantidad de glicerina suficiente para que al final de la reacción

30



3 -

201820

5 se tenga un exceso de ácidos grasos de unos 5 % y 10 % sobre la cantidad molecular equivalente necesaria para formar los triglicéridos mixtos neutros de los ácidos grasos. La mezcla se calienta en un recipiente de reacción adecuado provisto de un agitador y un condensador de reflujo hasta una temperatura de unos 450° F., con un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio. La mezcla de reacción se mantiene a esta temperatura y presión durante varias horas, después de lo cual la temperatura se aumenta gradualmente hasta unos 550° F. El tiempo total hasta llegar a este punto es de unas 8 horas. La temperatura del reflujo debe ser tal que el vapor de agua puede salir del sistema.

10 Durante las operaciones tienen lugar las reacciones principales. A la temperatura indicada y con el exceso señalado de ácidos grasos, la formación de triglicéridos se acelera y se reduce a un mínimo la presencia de mono y diglicéridos para todos los fines prácticos. El vacío utilizado relativamente bajo impide que la glicerina se elimine de la zona de reacción.

15 Durante la fase de reacción antes señalada, tiene lugar un reflujo de suerte que los reaccionantes que se vaporizan durante la operación, se condensan en el condensador de reflujo y se tornan a la zona de reacción. La temperatura del condensador de reflujo es suficientemente elevada de modo que el vapor producido durante la reacción esterificadora se elimina y se condensa separadamente.

20 Luego el vacío en el recipiente de reacción se aumenta hasta unas 29 pulgadas de mercurio y se continua el caldeo a la temperatura máxima establecida durante otra hora. El reflujo puede acoplarse a un tubo de destilación o tubo

201820



de vapor desde la caldera puede acoplarse a un condensador de destilación. Durante esta operación se elimina el exceso de ácido graso libre presente hasta ahora en el producto de reacción.

5 Hacia el final de la destilación se pasa una corriente de vapor a través de la masa reaccionante, que se agita continuamente durante toda la operación. El vapor elimina los ácidos grasos inferiores como el cáprico y el caprílico aun cuando tales ácidos se hayan combinado en forma de glicéridos mixtos. Este resultado se logra gracias al desplazamiento de los ácidos grasos inferiores por el exceso remanente de ácidos grasos más elevados en el recipiente de reacción.

10 El producto se quita luego del recipiente o caldera de reacción y se enfría. Se refina con álcali el glicérido crudo y se blanquea del modo usual seguido en la industria de aceite comestible. Se somete luego a la hidrogenación con objeto de saturar esencialmente los ácidos grasos más altos insaturados por ejemplo, oléico, presentes en el material de partida.

15 A consecuencia de esterificarse los glicéridos de modo sustancialmente completo, quedan eliminadas las dificultades que antes se encontraban durante la hidrogenación y la operación marcha de modo suave y hasta el punto extremo requerido sin peligro de envenenar el catalizador. Por el mismo motivo se facilita la operación de refinado y se reduce esencialmente la pérdida durante el mismo.

20 Los siguientes ejemplos señalan específicamente el modo de llevar a la práctica el presente invento.

25 Ejemplo 1° / 5000 lbs. de ácidos grasos más elevados mezclados de aceite de coco se colocan en una caldera o recipiente de reacción adecuado y calentado con un agitador y un

5 - 201820



acoplamiento para el vacío y con un condensador de reflujo. Los ácidos grasos están representados principalmente por los ácidos láurico y mirístico con menores cantidades de ácidos grasos adyacentes y pueden tener un contenido de ácido graso libre de 126. Luego a los ácidos grasos se agrega una cantidad de glicerina teóricamente requerida para combinarse con unos 95 % de los ácidos grasos en la proporción de 1 mol de glicerina por 3 mol de ácidos grasos.

La mezcla se calienta hasta una temperatura de 450° F. De ordinario se requieren unas 4 horas. Durante toda la operación de caldeo se mantiene un vacío de unas 25 pulgadas y se hace correr agua refrigerante a través del condensador de reflujo en tal proporción que los vapores que atraviesan por el condensador de reflujo tengan una temperatura no superior a 140° F. Se continua el caldeo a una temperatura de 450° a 550° F y esta última temperatura se mantiene durante un número suficiente de horas hasta que el contenido de ácido graso libre de la masa de reacción permanece sustancialmente constante.

Luego se aumenta el vacío a unas 29 pulgadas de mercurio, se cierra el tubo que conduce al condensador de reflujo y los vapores que se desprenden en la caldera de reacción se destilan y se recogen en un depósito del destilado. Los vapores están constituidos esencialmente por un exceso de ácidos grasos que no se han combinado con la glicerina. La destilación se continua hasta que la cantidad de ácido graso libre es inferior al 3 % de la calculada como ácido oléico. La operación requiere aproximadamente una hora.

El producto de la reacción se enfría y luego se quita de la caldera de reacción y se introduce en una caldera de refinado. Entonces se le somete al refinado usual mediante álca



201820

li y después se blanquea. Un análisis típico del éster crudo antes del refinado da lo siguiente:

Color (En unidades rojas Lovibond con un espesor de la capa de 5 1/4 pulgada)	30/15
Contenido en ácido graso libre (como oléico)	2,5 %
Indice de yodo	18,0
Coefficiente de saponificación	238,0
Indice de acetilo	13,0

El producto se hidrogena para reducir el índice de yodo a menos de 1. El producto puede utilizarse como tal en la industria o puede mezclarse con otros materiales grasos para aplicaciones especiales.

Ejemplo 2º/ 500 lbs. de una mezcla de ácidos grasos más elevados derivados de la destilación fraccionada de los ácidos grasos de aceite babassu y con un contenido de ácidos grasos libres de unos 124, se coloca en una caldera de reacción o en un recipiente de esterificación como se ha descrito en el ejemplo 1º. Se mezclan con una cantidad de glicerina esencialmente pura, de suerte que se tenga un exceso de 5 % a 10 % de ácidos grasos sobre la cantidad teórica calculada para formar triglicéridos en la consiguiente reacción.

La mezcla se calienta durante un período de unas 4 horas hasta una temperatura máxima de unos 450° F manteniendo un vacío de unas 26 pulgadas de mercurio. La temperatura de los vapores que atraviesan el condensador de reflujo es como máximo de unos 140° F. Se continua el caldeo y la temperatura se eleva a un máximo de unos 550° F durante un período de varias horas y se mantiene esta temperatura hasta que el grado de reducción del contenido de ácido graso libre en el producto de reacción haya descendido a menos de 0,5 % de contenido de

201820⁷ -



ácido graso por hora. El contenido de ácido graso libre en este momento puede ser de unos 12 % calculado como ácido oléico.

5 A continuación se cambian las tuberías del condensador de reflujo a la posición para la destilación, se aumenta el vacío a unas 29 pulgadas de mercurio, se continua el caldeo y los vapores producidos en la operación se destilan a través de un depósito de destilado. Entonces el contenido de ácido graso libre de la masa de reacción ha descendido a un valor no superior de 4 % del calculado como ácido oleíco y la desacidificación es completa. Se enfría el éster crudo y luego se le hace correr a una caldera refinadora. La composición analítica es la siguiente:

15

Color (en unidades rojas Lovibond con un espesor en la capa de 5 1/4 pulgada)	30/15
Contenido en ácido graso libre (como oléico)	3,5 %
Indice de yodo	19,0
Coefficiente de saponificación	242,0
Indice de acetilo	5,0

20 La reacción esterificadora requiere de 8 a 9 horas. El éster crudo se refina luego por álcali, se blanquea e hidrogena.

25 El presente procedimiento da por resultado una manteca dura que es suave, posee un punto de fusión relativamente elevado, pero que sin embargo se funde fácilmente en la boca para producir un líquido muy fluido lo que es de gran valor para lo que se requiere en el comercio. Los confitados y capas producidas con esta manteca dura no se reblandecen indebidamente o se funde a las temperaturas ordinarias en el verano, ni tampoco se pegan a los dedos cuando se las manipu



201820

la . La consistencia de los confitados, mantecados y simila_ res hechos con esta manteca dura son del tipo exacto requeri_ do por el comercio. Sustancialmente está exenta de color y también de olor. Estos resultados pueden reproducirse y en una u otra cochura del producto presentan todos los requisi_ tos y cualidades exigidas por el comercio.

N o t a.-

Se solicita la reivindicación de la prioridad de la solicitud de patente Norteamericana, Serial nº 210.435 del día 10 de Febrero de 1951, a los efectos de esta solici_ tud, la cual consta de las siguientes reivindicaciones:

1ª / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los áci_ dos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera o recipiente de reacción de una mezcla de los indicados ácidos grasos y glicéridos, el caldeo de esta mezcla a unos 450° F al vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para verificar la esterificación, el aumento gradual posterior de la temperatura a unos 550° F, el aumentar des_ pués el vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura y el separar por destilación los ácidos grasos libres y en recuperar el producto de la reacción.

2ª / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los áci_ dos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la.

201820

9 -



introducción en una caldera de reacción de una mezcla de dichos ácidos grasos de glicerina, encontrándose la cantidad de ácidos grasos en un exceso de 5 a 10 % del requerido para formar triglicéridos durante la reacción; el caldeo de dicha
5 mezcla a unos 450° F a un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para verificar la esterificación, el aumentar después gradualmente la temperatura a unos 550° F, el aumento posterior del vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura, y el destilar y separar los ácidos grasos libres,
10 recuperando el producto de la reacción.

3° / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de dichos
15 ácidos grasos y de glicerina, siendo la cantidad de los ácidos grasos de 5 a 10 % en exceso de la que se requiere para formar triglicéridos durante la reacción; el caldeo de dicha mezcla a unos 450° F durante varias horas a un vacío de 25 pulgadas de mercurio para que tenga lugar la esterificación,
20 el aumentar luego gradualmente la temperatura a unos 550° C en unas 8 horas, el aumento posterior del vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura durante unas 9 horas, y el separar luego por destilación los ácidos grasos libres y recuperar el producto de la reacción.

25 4° / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de dichos ácidos grasos y de glicerina, excediendo la cantidad de los
30 ácidos grasos en 5 a 10 % de la que se requiere para formar



201820

5

triglicéridos durante la reacción; el caldeo de dicha mezcla a unos 450° F bajo un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para que tenga lugar la esterificación, el aumentar después gradualmente la temperatura a unos 550° F con reflujo a la indicada caldera durante el indicado caldeo de los vapores producidos en la reacción mientras se elimina el vapor; el aumento posterior del vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura y en separar después por destilación los ácidos grasos libres y recuperar el producto de la reacción.

10

15

5ª / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de dichos ácidos grasos y de glicerina, excediendo la cantidad de los ácidos grasos en 5 a 10 % a la requerida para formar triglicéridos durante la reacción, el calentar dicha mezcla a unos 450° F bajo un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para verificar la esterificación, el aumentar después gradualmente la temperatura a unos 550° F, y después el aumentar el vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura y se separan por destilación los ácidos grasos libres, introduciendo vapor dentro de la masa de reacción y separando por destilación los vapores de los ácidos grasos inferiores.

20

25

6ª / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de dichos ácidos grasos con principalmente 12 a 18 átomos de carbono, y de glicerina, siendo la cantidad de los ácidos grasos de

30

11 / 201820



5 a 10 % en exceso de la requerida para formar triglicéridos durante la reacción; el calentar dicha mezcla a unos 450° F a un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para producir la esterificación, el aumentar gradualmente la temperatura a unos 550° F, el aumentar después el vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura y el separar por destilación los ácidos grasos libres y recuperar el producto de la reacción.

7^a / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de la fracción más alta de los ácidos grasos del tipo del aceite de coco que como principal constituyente contienen ácidos láurico y mirístico y de glicerina, excediendo la cantidad de dichos ácidos grasos en 5 a 10 % a la requerida para formar triglicéridos durante la reacción, el calentar dicha mezcla a unos 450° F a un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para verificar la esterificación, el aumentar gradualmente la temperatura a unos 550° F el aumentar después el vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura y el separar por destilación los ácidos grasos libres y recuperar el producto de la reacción.

8^a / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de dichos ácidos grasos y de glicerina, excediendo la cantidad de ácidos grasos en 5 a 10 % a la requerida para formar triglicéridos durante la reacción; el calentar dicha mezcla a



201820

unos 450° F a un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para realizar la esterificación, el aumentar gradualmente la temperatura a unos 550° F y mantener dicha mezcla a esta temperatura hasta que esencialmente se complete la reacción, el aumentar después el vacío a unas 29 pulgadas mientras se mantiene dicha temperatura y el separar por destilación los ácidos grasos libres y recuperar el producto de la reacción.

9ª / Método de fabricación de manteca dura o de ésteres de glicéridos sustancialmente neutros de los ácidos grasos más elevados, caracterizado porque comprende la introducción en una caldera de reacción de una mezcla de la fracción más alta de los ácidos grasos de un aceite del tipo del de coco que como principal componente tiene ácidos láurico y mirístico, y de glicerina, excediendo la cantidad de dichos ácidos grasos en 5 a 10 % a la requerida para formar triglicéridos durante la reacción; el calentar dicha mezcla a unos 450° F a un vacío de unas 25 pulgadas de mercurio para realizar la esterificación, el aumentar gradualmente después la temperatura a unos 550° F, el aumentar posteriormente el vacío a unas 29 pulgadas, mientras se mantiene dicha temperatura y el separar por destilación los ácidos grasos libres en una corriente de vapor para eliminar los ácidos grasos inferiores al láurico, de suerte que menos del 2,5 % de los mismos quede en el producto de reacción, y el recuperar este producto de la reacción.

10ª / " Método de fabricación de manteca dura ".

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva, la cual consta de doce hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 de Febrero de 1952.-