

P - 10.728.-

Case 4

208288

169



MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

16 SEP. 1953

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de BRITISH GLUES AND CHEMICALS, LIMITED, entidad británica, establecida en 96 Bridge Road East, Welwyn, Garden City, Hertfordshire, Gran Bretaña, por:

»UN PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION DE
MATERIAL GRASO»

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a la extracción de materiales grasos a partir de materias primas que los contienen.

En las solicitudes británicas Nos.18409/49



208288

y 20425/49, se han descrito procedimientos para recuperar
grasa desde huesos y materias primas grasas blandas, en
los cuales trozos de la materia prima se someten a impactos
intensos mientras están en suspensión en agua, o rodeados
5 por agua, siendo la grasa puesta en libertad de este modo
en forma sólida y recogida por flotación subsiguiente. El
método preferido mencionado en dichas proposiciones ante-
riores para someter la materia prima a los impactos inten-
sos mientras está en suspensión en agua era el de hacer pa-
10 sar dicho material, junto con una cantidad considerable de
agua, a través de un molino de martillos de gran velocidad.

Se ha comprobado que un tratamiento similar
puede aplicarse a la extracción de material graso desde ma-
terias primas vegetales tales como, por ejemplo, semillas
15 oleaginosas, y materias primas de origen marino, tales como,
por ejemplo, hígado de pescados y pescados que contienen
aceite. En los casos de estas primeras materias, el mate-
rial graso está contenido dentro de una estructura celular
o a modo de celdas y se ha visto que sometiendo dicha mate-
20 ria a impactos intensos mientras está rodeada por líquido
o suspendida en una cantidad de líquido que es varias veces
mayor que el peso de la materia prima, siendo los impactos
suministrados total o parcialmente a través del líquido, se
rompen las celdas o estructuras semejantes que contienen el
25 material graso, permitiendo así que estas materias primas
sean separadas y que el material graso de las mismas sea
puesto en libertad y quede disponible para su separación



208288

subsiguiente.

De acuerdo con el presente invento, se crea un procedimiento para romper las celdas que contienen material graso de materias primas vegetales y materias primas de origen marino, para poner en libertad el material graso de las mismas para su separación subsiguiente, cuyo procedimiento comprende someter dicha materia prima, mientras está en suspensión o rodeada por un volumen relativamente grande de líquido, a impactos intensos suministrados total o parcialmente a través del líquido con lo cual la estructura celular o similar se rompe y el material graso es puesto en libertad desde ella.

Ciertas materias primas vegetales que contienen material graso y ciertas materias primas de origen marino que contienen materiales grasos, cuando se someten a impactos intensos en presencia de un líquido en la manera descrita, producen mezclas que son difícilmente separables por flotación.

La dificultad de separar el material graso de la mezcla después del tratamiento en el líquido, que se acaba de mencionar, depende de muchos factores. Los mismos incluyen la duración de tiempo en el cual la materia prima es sometida a impactos en presencia de líquido, el tamaño de la celda en la cual el material graso estaba originariamente contenido, el tamaño de las partículas de material graso en la celda original, el espesor y la resistencia de la pared de la celda original, la relación entre el peso es-



208288

pecífico del material graso y el líquido en el cual se realiza el tratamiento, el estado físico del material graso, es decir, si este material es sólido o líquido a temperaturas ambiente, la composición química del material graso, la tensión interfacial entre el material graso y el líquido, y el efecto estabilizador de cualesquiera sólidos residuales y particularmente de sólidos residuales finos que puedan estar presentes después del tratamiento del material graso en el líquido.

10 En los casos de las materias primas mencionadas en las proposiciones anteriores, todos estos factores se combinan favorablemente para producir una mezcla en la cual la separación por flotación del material graso desde el líquido se realizaba con facilidad. Esto es cierto también de determinadas materias primas vegetales que contienen material graso y de ciertas materias primas de origen marino que contienen material graso.

20 Sin embargo, algunas de las materias primas vegetales que contienen material graso y algunas de las materias primas de origen marino que contienen material graso producen mezclas en las cuales los factores, que se acaban de citar no son favorables respecto a la separación por flotación; en estos casos, se ha encontrado que es más eficaz separar del líquido el material graso recuperado sometiendo primero la mezcla de material graso y líquido a separación centrífuga en un separador centrífugo del tipo de cesta que emplea una fuerza centrífuga rela-

15



208288

5 tivamente pequeña. Cuando la dificultad de separar por
flotación es debida en gran medida a la presencia de sólidos residuales y particularmente a residuos sólidos finos que ejercen un efecto estabilizante, la separación a
10 una fuerza centrífuga relativamente pequeña tiende a separar la mayor parte de dicho material sólido residual de la mezcla líquida que contiene en suspensión el material graso. Luego, la mezcla líquida resultante con el material sólido residual retirado de ella se somete a una segunda separación centrífuga en un separador centrífugo continuo
15 empleando una fuerza centrífuga relativamente alta.

 Para una separación de la máxima eficacia el material graso debe estar líquido durante la segunda separación centrífuga y la mezcla líquida a que se ha hecho
20 referencia puede calentarse por encima del punto de fusión del material graso, con anterioridad a dicha separación, si el material graso estuviera sólido a la temperatura empleada durante la primera separación centrífuga.

 Las tentativas para someter inmediatamente
25 la mezcla resultante del tratamiento por impactos a separación centrífuga continua a una alta fuerza centrífuga, antes o después del calentamiento por encima del punto de fusión del material graso, no han dado como resultado una separación neta entre el material graso del líquido y el material sólido residual.

 Por consiguiente, otra característica del presente invento consiste en separar una mezcla difícilmen-



208288

te separable por flotación y que resulta de someter ciertos tipos de tales materias primas a impactos intensos mientras están rodeadas por un líquido o suspendidas en él, por medio de una operación de separación centrífuga en dos
5 fases para recuperar un producto con un gran contenido en material graso.

Como se verá luego, el líquido empleado durante el tratamiento por impactos no precisa ser agua, aunque en la mayoría de los casos y por razones económicas el
10 agua es un líquido adecuado. También, el procedimiento no queda limitado al tratamiento de materias primas para recuperar grasas reales, es decir, triglicéridos líquidos o sólidos de ácidos grasos, sino que también es aplicable a, en esencia, cualquier material parecido a las grasas partiendo de materias primas que lo contengan. Es decir, la
15 recuperación de dichos materiales parecidos a las grasas, tales como ceras, esteroides o compuestos de los mismos tales como ésteres de esteroles o glicósidos de esteroles que tienen las mismas propiedades físicas generales y de solubilidad que las grasas verdaderas, partiendo de materias
20 primas que los contienen en celdas o estructuras similares, es considerada por el presente invento, empleándose la expresión "material graso" en la presente descripción y en las reivindicaciones como inclusiva de las grasas reales y
25 de tales materiales similares a las grasas que se acaban de discutir.

Al llevar a cabo el invento, trozos de una



208288

materia prima vegetal o marina que contiene material graso en celdas o estructuras similares son alimentados a la entrada de un molino de martillos de un tipo en el cual una pluralidad de martillos están soportados en la periferia de un rotor que gira rápidamente. El rotor está encerrado en una caja que tiene una parte inferior cerrada por una rejilla provista de aberturas, con preferencia en forma de ranuras, de un tamaño que impida el paso de los trozos de materia prima a su través hasta después de que los trozos han sido reducidos a trozos más pequeños en el molino. Los trozos de materia prima pueden ser semillas individuales oleaginosas o pueden ser trozos cortados o desmenuzados de materias primas tales como aceitunas o pescado que contenga grasa o hígados de pescado o trozos de otras materias primas que contengan material graso, tales como hojas u otras partes de ciertas plantas que contienen ceras en estructuras celulares. Los trozos de materia prima, cuando son alimentados al molino, son dirigidos dentro de la trayectoria de los martillos y son sometidos a impactos intensos mientras están rodeados por el líquido o suspendidos en él, que es alimentado simultáneamente al molino, siendo los impactos transmitidos en su totalidad o en parte a través del líquido. Se dispone una holgura sustancial entre los extremos de los martillos y las paredes de la caja, de tal modo que los trozos de materia primera no sean machacados o batidos entre los martillos y las superficies de la caja.



1953

208288

La velocidad periférica de los martillos es, en general entre 12,5 y 150 metros por segundo. Los intensos impactos resultantes a los cuales se someten de este modo los trozos de materia prima y la alta velocidad relativa que se produce entre los trozos de materia prima y el líquido rompen las celdas de la materia prima que contienen el material graso para ponerlo en libertad y hacer que el material graso sea lavado del material residual y suspendido en el líquido.

El líquido alimentado al molino será usualmente agua tal como agua del grifo ordinaria a temperatura ambiente o a la temperatura del grifo, es decir, a temperaturas que oscilan entre 0 y 25° aunque pueden emplearse mayores temperaturas inferiores al punto de ebullición del líquido. En los casos en que la materia prima contenga una cantidad sustancial de sólidos que son solubles en agua, por ejemplo, proteínas solubles que se desea conservar como material residual sólido, es a veces posible disminuir la solubilidad de tales sólidos empleando agua que contenga electrolitos disueltos, por ejemplo, sulfato sódico o cloruro sódico o cálcico que posean un efecto precipitante o insolubilizante. También puede emplearse el ajuste del pH del agua para reducir al mínimo la solubilidad de ciertos materiales residuales. Las sales a que se ha hecho referencia, u otros materiales solubles que son inertes para el material graso o que no lo afectan de un modo perjudicial, o constituyentes económicamente deseables de los materiales



208288

residuales sólidos pueden emplearse también como agentes de carga para el agua en los casos en que el material graso que se está recuperando tenga un peso específico muy próximo al del agua, a fin de obtener una separación centrífuga continua satisfactoria del material graso. Pueden
5 emplearse líquidos distintos del agua en los cuales el material graso sea sustancialmente insoluble y con preferencia en los cuales los sólidos residuales de la materia prima sean insolubles o lo sean sustancialmente, por ejemplo,
10 alcoholes alifáticos monovalentes líquidos que tengan por lo menos tres átomos de carbono y glicoles con inclusión de los glicoles polialcohlénicos líquidos u otros líquidos orgánicos en los cuales el material graso y los residuos de la materia prima sean sustancialmente insolubles.
15 También pueden emplearse mezclas con agua de alcoholes miscibles con agua u otros líquidos orgánicos miscibles con agua. Los requisitos esenciales de los líquidos que pueden utilizarse en el presente invento no dependen de sus propiedades químicas mientras carezcan de reacción química perjudicial con el material graso que se está recuperando o
20 con el material sólido residual. Los requisitos esenciales de tales líquidos son que el material graso que se está recuperando, así como algunos o todos los residuos sólidos de los trozos de materia prima después de retirar el material graso sean sustancialmente insolubles en el líquido
25 y el líquido no debe tener una viscosidad demasiado grande, es decir, no mayor de aproximadamente cuatro veces la del



1953

208288

5 agua en escala de centipoises y con preferencia no mayor de aproximadamente el doble de la del agua a la temperatura empleada en el molino. También el líquido debe tener un punto de ebullición algo mayor que el punto de fusión del material graso que se está recuperando cuando es deseable fundir el material graso durante la separación y debe tener un peso específico que difiera del del material graso y del del residuo sólido.

10 La cantidad de líquido alimentado al molino oscilará aproximadamente entre 3 y 30 veces el peso de la materia prima alimentada al molino en el mismo periodo de tiempo y usualmente oscilará entre 5 y 10 veces el peso de la materia prima. Con el tipo de materia y líquido considerados en el presente invento, se descarga una mezcla en la
15 cual el líquido contiene el material graso y algo e todo el residuo sólido en suspensión como partículas separadas, entendiéndose que el vocablo "partículas" incluye gotitas de material graso líquido en los casos en que el material graso sea líquido a la temperatura empleada en el molino. Aunque
20 que las partículas de los residuos sólidos son, en general, muchas veces el tamaño de las celdas o estructuras que originariamente contenían el material graso, el tipo de mezcla producida con algunas de las materias primas es difícilmente separable por sedimentación o flotación. Sometiendo tales
25 mezclas a separación centrífuga en un separador centrífugo del tipo de cesta, puede hacerse una separación eficaz entre la mayor parte del residuo sólido y la mezcla líquida rema-



208288

nente que contiene el material graso en suspensión a una fuerza centrífuga relativamente pequeña, por ejemplo, entre 200 y 1.000 g. El separador centrífugo puede ser del tipo de cesta sólida en el cual la mezcla a separar es alimentada continuamente a la cesta y un material líquido es descargado continuamente mientras los sólidos se acumulan en la cesta, o el separador centrífugo puede ser del tipo en el cual los sólidos son también retirados continuamente de la cesta. En cualquier caso, los sólidos separados tiene un pequeño contenido del material graso y este contenido en material graso puede reducirse todavía lavando con líquido del tipo originariamente empleado en el molino o con algún otro líquido adecuado.

La mezcla líquida separada que contiene material graso en suspensión es alimentada entonces a un separador, centrífugo continuo del tipo destinado a separar continuamente materiales fluyentes inmiscibles con diferentes pesos específicos. Si el material graso es sólido a la temperatura de la mezcla líquida descargada del primer separador centrífugo, esta mezcla puede calentarse en cualquier tipo adecuado de calentador, con preferencia de una manera continua, por encima del punto de fusión del material graso. El calentamiento a cualquier temperatura entre el punto de fusión del material graso y el punto de ebullición del líquido puede efectuarse pero, en general, es suficiente una temperatura justamente por encima del punto de fusión del material graso. El separador centrífugo continuo debe dar

15 JUN. 1956



208288

una fuerza centrífuga de una magnitud sustancial, por ejemplo, de unos 3.000 g. o más y en ausencia de los sólidos residuales finamente divididos retirados en la primera separación centrífuga, puede efectuarse usualmente una separación neta entre un material graso líquido y el agua u otro líquido empleado en el molino. En algunos casos, la operación de calentar antes de la segunda separación, produce una mezcla que es separada fácilmente por flotación es decir, una capa relativamente limpia de material graso fundido se acumulará rápidamente sobre la superficie del líquido. En tal caso, la segunda separación centrífuga puede omitirse, aunque en la mayoría de los casos, la capa superior de material graso fundido obtenida por decantación, será sometida a separación centrífuga para separar de ella una porción menor del agua u otro líquido inicialmente empleado en el molino.

Un ejemplo de un material que produce una mezcla difícilmente separable por flotación en agua es el arenque fresco. Cuando tal material fué alimentado a la entrada de un molino de martillos del tipo arriba descrito con cinco veces su peso de agua fría, fué descargada una mezcla del molino que no se separó fácilmente por flotación. El molino estaba provisto de rejillas con aberturas de 9.5 mms. para asegurar que la reducción del tamaño de los arenques no tenía lugar hasta dimensiones celulares y para permitir que el material fuera sometido durante un tiempo mínimo a la acción de los batidores. Suministrando la mezcla de

75 JU



208288

sólidos residuales, aceite y agua directamente a un separador centrífugo convencional del tipo de cesta que daba una fuerza centrífuga de unos 300 g., la mayor parte de los sólidos fueron retenidos en la cesta y la máquina entregó una
5 mezcla de aceite y agua. Como quiera que el aceite de arenque es líquido, esta mezcla se suministró continuamente a un separador centrífugo continuo de gran velocidad que daba una fuerza centrífuga de unas 4.500 g.

Se obtuvo una recuperación de 95% aproximadamente del aceite originariamente presente en el arenque, siendo el tiempo total del proceso inferior a dos minutos. El residuo sólido se lavó con agua caliente, se escurrió y se secó y dió una harina de buena calidad para piensos. El
10 aceite recuperado era de buena calidad y poco olor y de poco gusto y de color excepcionalmente pálido. Esto representa una recuperación mucho mayor que la obtenida por los procedimientos convencionales y el aceite era de mejor calidad.

Otro ejemplo de materia prima que produce mezclas difícilmente separables por floculación en agua es la
20 aceituna fresca. Tales aceitunas frescas se almacenaron y alimentaron junto con cinco veces su peso en agua a un molino de martillos del tipo antes descrito. Las aberturas de las rejillas del molino de martillos empleadas en este caso tenían 0,8 mm. para permitir una mayor retención del material en tratamiento.

25 La mezcla descarga del molino, que contiene partículas sólidas finas de aceitunas, agua y aceite de oli-



208288

va, se suministró directamente a una centrífuga del tipo de cesta, que daba una fuerza centrífuga de aproximadamente 300 g. El material sólido residual fué retenido en la cesta y se entregó continuamente por la máquina una mezcla de aceite y agua. Esta mezcla fué suministrada de modo continuo a un separador centrífugo continuo que daba una fuerza centrífuga que era en esencia de unos 4.500 g.

La recuperación fué de aproximadamente 90% del aceite originariamente presente en las aceitunas frescas y fué de gran calidad, con un contenido pequeño en ácidos grasos libres y de color y olor excepcionalmente buenos. El material sólido de la cesta de la primera centrífuga fué lavado con agua caliente y dió un material de pienso de buena calidad al secar.

En la presente Memoria y reivindicaciones los vocablos "grasa" y "aceite" se usan de modo intercambiado para dar a entender grasas reales, es decir, triglicéridos de ácidos grasos, que son líquidos o sólidos a temperaturas ambiente ordinarias, y la expresión "material graso" se entiende que incluye tales grasas reales y otros materiales a modo de grasas, como ceras, esteroides y compuestos de esteroles tales como ésteres y glicósidos de los mismos que tienen las características físicas generales de las grasas y que son sólidos o líquidos a temperaturas ambiente ordinarias.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 17 de Julio de 1952 (provisio-



208288
15 JUN 1953

nal) bajo el número 18114/52, y el 23 de Febrero de 1953 (completa), que han de concederse bajo una sola patente británica, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- O - N O T A - O -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1º. - Un procedimiento de extraer material graso a partir de materias primas vegetales y marinas en las cuales dicho material graso está presente en celdas o sistemas a modo de celdas cuyo procedimiento comprende someter dichas materias primas mientras están rodeadas por un líquido que no tiene reacción deletérea con los constituyentes de dichas materias primas a impactos intensos repetidos
15 suministrados en su totalidad o en parte por mediación del líquido para romper las membranas de las celdas o sistemas a modo de celdas y poner en libertad el material graso de ellas, estando dicho líquido presente mientras dicha
20 materia prima está siendo sometida a dichos impactos en una magnitud que es varias veces el peso de dicha materia prima, con lo cual se produce una mezcla que contiene dicho material graso y residuos sólidos procedentes de dicha mate-



208288

ria prima.

2º. - Un procedimiento de extraer material
graso a partir de materias primas vegetales en los cuales
dicho material graso está presente en celdas o sistemas
5 análogos a celdas cuyo procedimiento comprende someter di-
chas materias primas, mientras estén rodeadas por un líqui-
do que carece de reacción perjudicial con los constituyen-
tes de dichas materias primas a impactos intensos reitera-
dos suministrados total o parcialmente por medio del líqui-
10 do para romper las membranas de las celdas o sistemas simi-
lares a celdas y libertar de ellas el material graso, estan-
do dicho líquido presente mientras dicha materia prima está
siendo sometida a dichos impactos en una cantidad que es
varias veces el peso de dicha materia prima, con lo cual
15 se produce una mezcla que contiene dicho material graso y
sólidos residuales procedentes de dicha materia prima.

3º. - Un procedimiento según se reivindica
en los puntos 1 ó 2, en el cual la mezcla líquida que con-
tiene el material graso y al menos parte del residuo sólido,
20 en forma de partículas suspendidas, es sometida a separación
centrífuga a una fuerza centrífuga relativamente baja para
separar el líquido que contiene las partículas de material
graso, en suspensión, de los residuos sólidos y luego el
líquido separado que contiene dicho material graso en sus-
25 pensión es sometido a una segunda separación centrífuga a
una fuerza centrífuga relativamente alta para separar di-
cho material graso de dicho líquido.

208288



953

4^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, en el cual la fuerza centrífuga empleada durante la primera separación centrífuga de dichos residuos es entre 200 y 1.000 g. y la fuerza centrífuga empleada en dicha segunda separación centrífuga es por lo menos de aproximadamente 3.000.

5^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, en el cual el material graso que se está extrayendo es líquido a las temperaturas ambiente usuales y los materiales que se están separando en la segunda separación centrífuga están a una temperatura a la cual dicho material graso es líquido.

6^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, en el cual el material graso que se está extrayendo es sólido a temperaturas ambiente usuales y el líquido separado que contiene el material graso es calentado para licuar dicho material graso antes de la segunda separación centrífuga.

7^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, con referencia al punto 1 solamente, en el cual la materia prima que se está tratando es arenque y el material graso que se está extrayendo es aceite de arenque.

8^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, en el cual la materia prima que se está tratando son aceitunas y el material graso que se está extrayendo es aceite de oliva.

9^a. - Un procedimiento según se reivindica en



15

208288

cualquiera de los puntos anteriores en el cual la cantidad de líquido presente mientras la materia prima está siendo sometida a los impactos es entre 3 y 30 veces el peso de dicho material.

5 10^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 9, en el cual la cantidad de líquido es entre 5 y 10 veces el peso del material.

10 11^a. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el cual los impactos intensos repetidos son producidos en un molino de martillos.

12^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 11, en el cual la velocidad periférica de los martillos del molino está entre 25 y 100 metros por segundo.

15 13^a. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 12, en el cual el líquido es agua.

20 14^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 13, que incluye un material soluble en agua como agente de carga que carece de reacción perjudicial con los constituyentes de la materia prima.

15^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 13, en el cual el agua está a una temperatura entre cero y 25°C durante la comunicación de los impactos.

25 16^a. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 12, en el cual el líquido es distinto del agua.



17^o. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 16, en el cual la viscosidad del líquido en centipoises no es mayor de cuatro veces la viscosidad del agua.

5 18^o. - Un procedimiento para la extracción de material graso.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 16 SEP. 1955

P.A.

Alberto de Ezaburu
Por Poder

208288

If.