

230582

230582

P.- 15.012

A 20.606. Case Italian  
Appl. núm. 133/14.

15 OCT. 1956



1956

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
en  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre de GIUSEPPE ASSALINI, de nacionalidad italiana, re-  
sidente en Via de Gaspari 19/3, Génova, Italia, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE JUGOS AZUCARADOS"

=====

Se han efectuado varios experimentos para la pu-  
rificación de jugos azucarados brutos por el uso de resinas  
de cambio iónico. Sin embargo, no se ha llegado en ningún  
caso a ningún resultado práctico que pudiese aplicarse en  
escala industrial, hasta el punto de que el tratamiento con

5



230582

resinas de cambio iónico solamente se ha adoptado para fines industriales en raras ocasiones y siempre solo después de la purificación normal. Esta conocidísima purificación consiste en añadir varias veces una cantidad de cal con doble carbonatación con la consiguiente instalación de hornos de cal y turbo-compresores para  $\text{CO}_2$ . También consiste en un tratamiento calco-sulfuroso y en todo caso requiere repetidas filtraciones y calentamiento, con la consiguiente pérdida de calor y de azúcar y también con pérdida de tiempo y de mano de obra.

La presente invención se refiere al uso de resinas de cambio iónico sintéticas para la purificación de jugos azucarados tal como se obtienen de la difusión o trituración y prensado, procediendo los jugos de cualquier materia prima. El azúcar a purificar puede obtenerse también de melazas. El proceso de la invención permite reducir o incluso eliminar cualquier otro método de purificación previo, incluso los procesos calco-carbónico y calco-sulfuroso, efectuándose así economías en el coste de la instalación, en el tiempo y en la mano de obra.

El método de acuerdo con la presente invención se caracteriza por el hecho de que o el jugo de azúcar o eventualmente las melazas (éstas desmineralizadas en parte previamente) se tratan a la temperatura ambiente con una resina de cambio iónico preparada en forma de hidróxido, lográndose así que las sales contenidas en el jugo antes citado se separen y transformen en el correspondiente hidróxido.



230582

5 El método se caracteriza también por el hecho de que la solución alcalina que contiene el hidróxido antes mencionado se trata con un compuesto químico, preferiblemente de carácter metálico, capaz de ser transformado en sal por los hidratos previamente formados y que, al mismo tiempo, actúa de defecador, decolorador y purificador en todos los aspectos, permitiendo llevar el material no-orgánico a un estado fácil y cuantitativamente coagulable y, por ello, eliminable.

10 El método se caracteriza asimismo por el hecho de que el jugo, obtenido después de la filtración del coagulado, se trata con una resina aniónica y con una resina catiónica, obteniéndose así una purificación completa y el filtrado obtenido alcanza así el pH requerido, extrayéndose el máximo porcentaje de azúcar y reduciéndose al mínimo los indicios residuales de  
15 impurezas.

En un caso particularmente preferido, el método se caracteriza por el hecho de que el filtrado se trata primeramente con la resina aniónica y después con la resina catiónica.

20 En el caso en que el método parte de melazas, tal procedimiento se caracteriza por el hecho de que la melazas, diluidas en una cantidad de agua correspondiente a la mitad de su peso, se tratan previamente con un par normal de resinas de cambio iónico, aniónica y catiónica, con el objeto de reducir las impurezas hasta el punto que es necesario llegar para obtener la  
25 subsiguiente purificación antes mencionada.

La instalación para la purificación de jugos azucarados, de acuerdo con la invención, se caracteriza por la presencia,



230582

combinación y sucesión de los diversos dispositivos y aparatos apropiados para obtener las varias fases del método.

En los dibujos anejos se representa esquemáticamente, como simple ejemplo, la instalación y el ciclo de las varias operaciones relativas al método conforme a la invención.

La Fig. 1 muestra una vista esquemática de la instalación para la purificación de los jugos de azúcar brutos.

La Fig. 2 muestra la vista esquemática de la instalación para el tratamiento previo de las melazas.

Con referencia a la Fig. 1, el jugo azucarado bruto que entra por 1 en el tanque 2 es enfriado en el cambiador de calor 3, y pasa por la bomba 4 a lo largo de la tubería 5 al cambiador iónico 6, donde, mediante una resina de cambio iónico, se efectúa el desdoblamiento de las sales y su transformación en hidróxidos. Cuando sale del cambiador 6, la solución alcalina que contiene los hidróxidos pasa por la tubería 7 al tanque 8 que contiene un agitador 9, donde por adición por 10 de una sal metálica soluble en el agua que da un hidróxido metálico insoluble en el agua, se efectúan las operaciones de defecación, decoloración y purificación con la coagulación resultante de las sustancias orgánicas no azucaradas. En la tubería 7 se dispone una válvula de tres vías 11 la cual, por el tanque 12, elimina de manera conocida el regenerador y las aguas de lavado que proceden del lecho de resina. La bomba 13, por las tuberías 14 y 15 ab-



230582

5 sorbe del tanque 8 la solución y la envía al filtro 16, en donde los jugos azucarados son separados del precipitado que se ha formado durante el tratamiento. Los jugos azucarados se recogen por la tubería 17 en el tanque 18, del cual la bomba 19 los pasa a la tubería 20 y así a los cambiadores iónicos 21 y 22 donde el filtrado se pone en contacto con una resina aniónica y una resina catiónica, proporcionando de esta manera la purificación final. En el procedimiento preferido la resina aniónica es una resina fuertemente básica tal como una resina de hidróxido de amonio

10 cuaternario y la resina catiónica es una resina débilmente ácida tal como una resina carboxílica.

Por la tubería 23 el producto purificado que contiene un porcentaje máximo de azúcar e indicios mínimos de impurezas es llevado al tanque 24 y después a las operaciones de acabado usuales, tales como evaporación y/o cristalización. En la tubería 23 se dispone una válvula de tres vías 25 que por el tanque 26 elimina de la forma conocida el regenerante y el agua de lavado que proceden de los lechos de resina de los cambiadores iónicos 21 y 22.

15

20

Con referencia a la Fig. 2, las melazas se introducen en el tanque 27 por 28, y por 29 se introduce agua diluyente. El agua diluyente se mantiene usualmente en una cantidad igual a aproximadamente la mitad de la cantidad de melazas a diluir.

25

Para la aplicación industrial del método mediante la instalación representada en la Fig. 1, las melazas



230582

diluidas deben ser previamente tratadas por el método indicado en la Fig. 2. La bomba 30 envía las melazas diluidas por la tubería 31 a un cambiador iónico 32, en donde se encuentran con una resina catiónica, y luego por la tubería 33 pasan al cambiador 34, en el cual se encuentran con una resina aniónica. Al salir de este último cambiador, la solución de melazas, que ha adquirido ahora un grado de pureza suficiente, atraviesa las tuberías 35 y 36 y pasa al tanque 2 (Fig. 1) con ayuda de la bomba 37. En la tubería 35 se dispone una válvula de tres vías 38, que por el tanque 39 elimina de manera conocida el regenerador y las aguas que proceden de los lechos de resina de los cambiadores iónicos 32 y 34.

Con respecto al método descrito arriba, deben señalarse las siguientes ventajas adicionales. El cambio iónico, tal como se efectúa de acuerdo con la presente invención con resinas sintéticas, permite la eliminación de procesos de purificación empleados previamente, puesto que, mediante la instalación y el proceso de la invención, se puede pasar directamente de un jugo bruto a un jugo purificado de pureza superior a la alcanzada hasta ahora. El empleo de una resina fuertemente básica en forma de hidróxido, combinado con el subsiguiente tratamiento con una sal metálica, por ejemplo de hierro, aluminio o manganeso, permite la rápida formación de un hidróxido metálico de elevadas propiedades coagulantes y decolorantes. Otra ventaja es que en el proceso de la invención se evita un pH de una acidez que por lo elevada pudiera resultar perjudicial.



230582

Existe la notable ventaja de que todas las operaciones se realizan a la temperatura ambiente. Existe, también, la posibilidad, en el caso de las melazas, de operar con una solución de melazas que contenga solamente alrededor de 50 partes de agua por 100 partes de melazas originales, con las consiguientes y apreciables economías en operaciones, mano de obra y tiempo.

#### EJEMPLO 1

Aún cuando el proceso que se va a describir se efectúa continuamente, conviene disponer de una unidad de 700 litros de solución que pasan por las varias operaciones del proceso. Se toman 700 litros de una solución acuosa de jugo obtenido de recortes de remolacha por difusión la cual contiene 10% de sacarosa y 2,5% de sustancias no-azucaradas, siendo el 0,5% de éstas inorgánicas y el 2,0% orgánicas. La temperatura de esta solución se lleva a unos 40°C. y la dicha solución se pasa luego a través de un lecho de una resina de cambio aniónica fuertemente básica, una resina de estireno de enlace cruzado o tridimensional, porosa, que tiene grupos de hidróxido amónico cuaternario unidos mediante un grupo metileno a los anillos del estireno y que lleva en el nitrógeno dos grupos metilo y un grupo hidroxietilo. La velocidad de la corriente es de 0,7 galones por pie cúbico por minuto (o sea, 2,650 L. por 28,317 dm<sup>3</sup> por minuto). En lugar de esta resina particular se puede usar aquí cualquiera otra de las resinas de hidróxido amónico cuaternario fuertemente básicas. El efluente del lecho de resina tiene un pH de 11 a 12 ó más.



230582

El efluente se trata ahora con una solución acuosa al 30% de sulfato de aluminio hidratado,  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ . Esta solución se añade lentamente agitando bien. Para los 700 litros que pasan por el proceso se agregan en este caso particular 13,1 kilogramos de esta solución. La cantidad de solución de sal metálica añadida en este punto puede variar según el lote particular de jugo azucarado que se trate. En este caso, la solución añadida lleva el pH de la solución a 5,7. Una zona de pH de 5 a 6 es generalmente satisfactoria.

Se forma un precipitado de óxido de aluminio hidratado que recoge o cuagula las sustancias no-azúcares orgánicas, incluso las materias colorantes. Se separa el precipitado. Esto se logra en este caso por filtración, pero la centrifugación o la sedimentación con separación del licor claro y filtración o centrifugación del lodo son por lo menos tan eficaces e incluso más convenientes con ciertas clases de azúcares.

En este punto es posible obtener un producto blanco, pero quedan indicios de materiales orgánicos que pueden ocasionar después el desarrollo de una ligera decoloración, existiendo también sales inorgánicas. Por éso, conviene en este punto, si bien no es absolutamente esencial, que la solución azucarada se trate con resinas aniónica y catiónica. En este caso especial esto se hace pasando la solución a través de una resina de hidróxido de amonio cuaternario consistente en una resina de estireno enlazada en cruz que tiene grupos trimetil-amonio-metilo y después a través de una



230582

resina de cambio catiónica carboxílica en forma de hidrógeno a una velocidad de dos galones (7,570 litros) por pie cúbico ( $28,317 \text{ dm}^3$ ) por minuto. Esta resina se forma copolimerizando ácido metacrílico con un pequeño porcentaje de divinilbenceno.

5

El efluente de la última columna de cambio iónico tiene un pH de 6,2. Posee un color Stammer de 0,515, contiene aproximadamente 8,5% de sacarosa, 0,037% de azúcar invertida, 0,003% de cenizas, 0,033% de nitrógeno total y 0,002% de cloro. Se pasa al evaporador y se concentra. El azúcar del primer "golpe" tiene un pureza de 98,1% según se obtiene, con una pureza de 99,43% en seco. No contiene nada de nitrógeno.

10

De la torta de filtración obtenida de la precipitación con sulfato de aluminio se puede recuperar ácido glutámico, ácido aspártico y leucina, así como también el contenido de aluminio. Existen también aminoácidos en las mezclas, los cuales son igualmente recuperables.

15

#### EJEMPLO II

Se aplica el mismo procedimiento general a un jarabe hecho de azúcar de caña bruto. Se hace una solución a 30° Brix y se filtra. Se pasa a 40°C. a través de una resina de cambio aniónico, de hidróxido amónico cuaternario, fuertemente básica, consistente en polistireno enlazado tridimensionalmente o en cruz que tiene grupos trimetil-amoniometilo, como antes. El efluente tiene un pH de alrededor de 11. Este efluente se trata con 12 kilogramos de solución

20

25



1508

230582

acuosa al 30% de sulfato de aluminio hidratado. Se forma un precipitado que se sedimenta en un tanque, del cual se retira el licor superior claro que se filtra. Igualmente se retira y filtra el lodo. El filtrado es claro y tiene un pH de 5,6.

5 Se le pasa a través de un lecho mixto compuesto de cantidades aproximadamente equivalentes de una resina de cambio catiónico, carboxílica, ácida, y una resina de hidróxido amónico cuaternario, tal como se ha descrito anteriormente. El jarabe así tratado no contiene nada de calcio ni de potasio y sí  
10 unas 8 p.p.m. de sodio. No se encontró incremento alguno en el azúcar invertido. El jarabe está listo ahora para ser concentrado, siendo el azúcar que se obtiene blanco brillante y de una pureza de 99,5%.

Aunque por razones descriptivas esta presente invención se basa en lo que se ha descrito e ilustrado como ejemplo,  
15 otras muchas realizaciones y modificaciones se pueden aplicar a la realización de la invención, como por ejemplo, el efectuar el tratamiento previo de las melazas en una sola columna que contenga un lecho mixto de resinas aniónica y catiónica, y,  
20 análogamente, el reemplazar las dos columnas 21 y 22 por una columna que contenga un lecho mixto de resinas aniónica y catiónica.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Italia el 26 de Agosto de 1.955, bajo el número 133/14, se  
25 acoge a los beneficios establecidos en el artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



1956

230582

## .o. N O T A .o.

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

5 1º.- Un procedimiento para la purificación de jugos azucarados mediante resinas de cambio iónico sintéticas, caracterizado por el hecho de que los jugos azucarados se tratan a la temperatura ambiente con una resina de cambio iónico en forma de hidróxido con lo cual las sales contenidas en dichos jugos se transforman en los hidróxidos correspondientes y los  
10 jugos que contienen dichos hidróxidos se tratan con una sal metálica soluble en el agua que dé un hidróxido metálico insoluble en el agua con la consiguiente coagulación de las sustancias orgánicas no-azúcares.

15 2º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el jugo obtenido después de separar el hidróxido metálico soluble y las sustancias orgánicas no-azúcares coaguladas, se trata con una resina aniónica en forma básica y con una resina catiónica en forma de hidrógeno.

20 3º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el filtrado se trata primero con una resina aniónica fuertemente básica y luego



230582

con una resina catiónica débilmente ácida.

5 4º.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, en el que los jugos azucarados tratados proceden de melazas que se han diluido con una cantidad de agua correspondiente a aproximadamente la mitad de su peso y se tratan con resinas catiónica y aniónica.

5º.- Un procedimiento para la purificación de jugos azucarados.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en dibujos que se acompañan, y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de once hojas y la presente escritas a máquina por una sola cara.

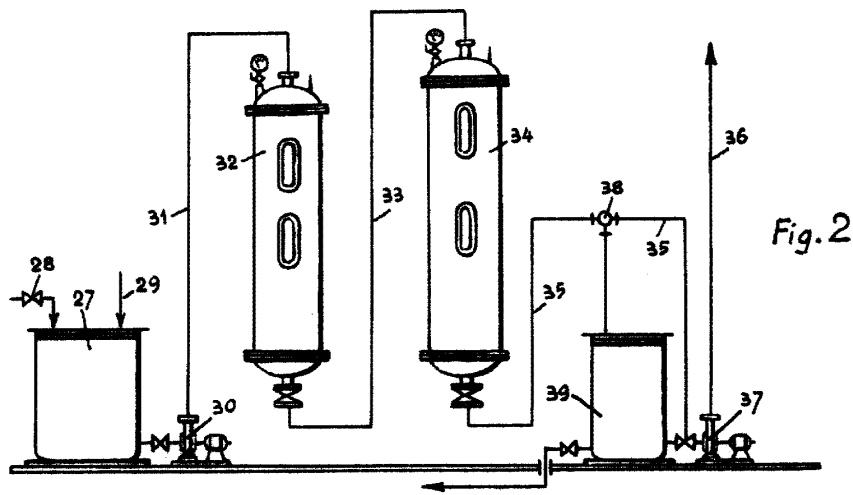
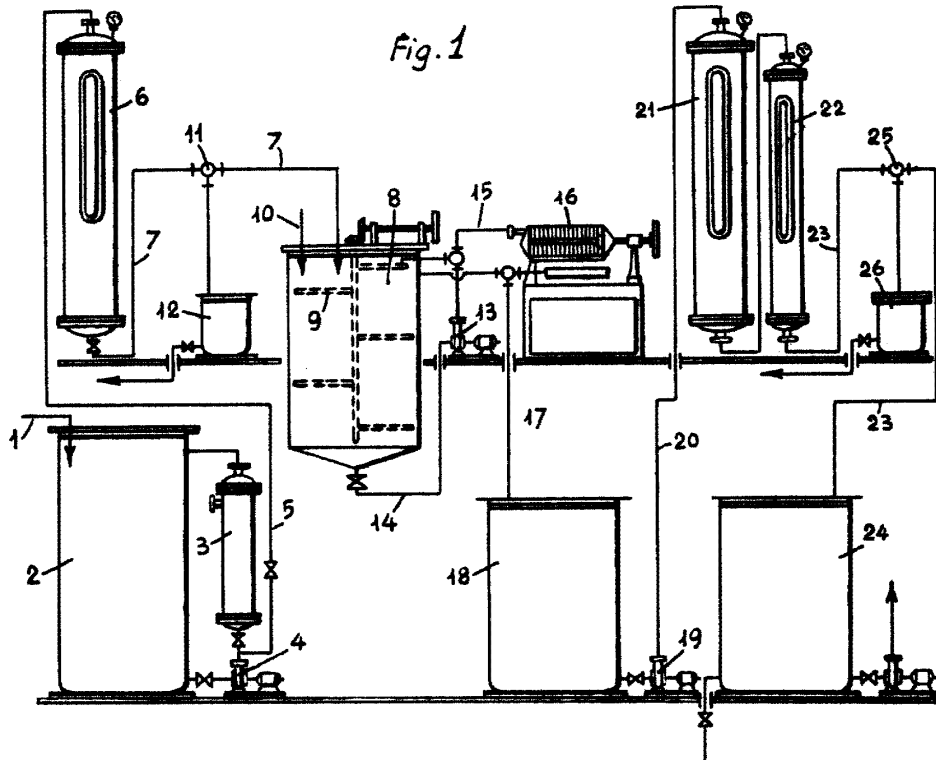
Madrid, 15 OCT. 1956

P.A.

Alberto de Elzabur

15007

230582



*Handwritten signature or initials.*