

233279

P.- 15.470

Nº 36.914 Case U.S. Ser Nº
579.461 - Case 561207

NOV 1957

233279

20 EN



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 A. E. STALEY MANUFACTURING COMPANY., entidad
norteamericana, establecida en Decatur, Illinois, Estados
Unidos de América., por:

» PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN LOS METODOS DE TRATA-
MIENTO DE ACEITES VEGETALES «.

-o-

5

Este invento se refiere, en general, a per-
feccionamientos en el tratamiento o refinación de aceites
vegetales. Más en particular, el invento está relacionado
con innovaciones y perfeccionamientos en el lavado de acei-
tes vegetales desengomados, particularmente aceite de soja.

Los aceites vegetales, como por ejemplo el
aceite de soja, se desengoman por tratamiento con agua sola
o con agua que contenga una pequeña cantidad de un agente

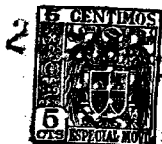
23327



1957

desengomante, con objeto de separar la llamada «borra de los aceites» y, o bien convertirlos en aceites sin «borra», o bien reducir practicamente su contenido en «borra». Los copos oscuros o negros visibles que se forman en un aceite vegetal cuando se calienta el aceite se conocen en la practica como «borra» y un aceite sin «borra» es un aceite en el que no aparezca el oscurecimiento y formación de copos cuando se calienta el aceite. Puesto que una muestra particular de aceite vegetal puede contener una cantidad considerable de borra, puede estar libre de borra, o contener una cantidad intermedia de borra, dependiendo de su origen y tratamiento, en su caso, se han adoptado en la industria diversos ensayos con objeto de evacuar o determinar aceites vegetales con respecto a su contenido en borra. Así, si un aceite no presenta oscurecimiento ni formación de copos a 290° C sino que, por el contrario tiende a volverse más claro, esta es, «blanquea por el calor» un aceite semejante se considera que está libre de borra por el valor o que es un aceite sin borra. En un ensayo más riguroso, si un aceite no presenta oscurecimiento ni formación de copos por calefacción a 290° C en presencia de una cantidad especificada de ácido clorhídrico, pero se aclara en color, se considera que es un aceite libre de borra por los ácidos o libre de borra según Gardber, de acuerdo con el método oficial CA 10-40, May, 1949, de la American Oil Chemists Society.

La llamada «borra» de los aceites vegetales



233279

es perjudicial por una serie de razones que son bien conocidas en la práctica. Por consiguiente, el aceite vegetal crudo se somete ordinariamente a una técnica de refinado de determinado tipo, con objeto de obtener aceites libres de borra. El procedimiento llamado de "refinado al calino" se ha empleado ampliamente con este objeto. Este procedimiento consiste, esencialmente, en el lavado, tanto del aceite vegetal crudo, como del aceite desengomado con agua, con solución cáustica. El producto secundario de esta operación de refinado alcalino se conoce como "soaps to ck" (material para jabón) y es una sustancia oscura, grasienta, formada, principalmente, por una mezcla de jabón aceite neutro y agua. La objeción principal a la técnica de refinado alcalino es la pérdida inevitable de aceite neutro valioso, en parte arrastrado como aceite neutro en el "soapstock" y en parte por hidrólisis del aceite neutro. Como su nombre indica, el "soapstock" tiene muy poco valor y se vende como producto secundario de clase inferior y bajo precio.

En la técnica de refinado de aceites vegetales, las sustancias que se separan en el líquido acuoso del tratamiento o mezcladas con él conocidas ordinariamente como "agua de desengomado" y que pueden o no contener un "agente desengomante" se designan usualmente como "goma o gomas". En el caso del aceite de soja estas gomas se secan después de separadas y se venden comercialmente como "lecitina". Los aceites vegetales que han sido some-

26 ENE



233279

5 tidos a un tratamiento con agua sola o con agua con una
pequeña cantidad de agente desengomante, por ejemplo anhí-
drido acético, se designan como "aceites desengomados".
El aceite vegetal que se halla tratado con álcali se de-
signa como "aceite de refinado alcalino" y no se conoce
usualmente como aceite desengomado. Según se indicó an-
teriormente, el presente invento tiene por objeto una téc-
nica perfeccionada del lavado del aceite desengomado. Las
ventajas que se obtienen utilizando la técnica de lavado
10 perfeccionado del presente invento son, esencialmente,
tres:

15 1. Se obtiene una mejor separación de las
fases de agua y aceite incluso con aceites desen-
gomados, mientras que, hasta ahora, la separación
en fases no podía alcanzarse o podía alcanzarse
únicamente con gran dificultad.

20 2. Las pérdidas de aceite en la operación
de lavado disminuyen puesto que el contenido en
aceite en el agua separada o fase acuosa es muy
inferior al normal.

3. Los aceites desengomados lavados tienen
una estabilidad mejorada de color por calefacción.

25 Además de estos perfeccionamientos existen
ciertas mejoras y ventajas que se obtienen en la prácti-
ca del presente invento.

Dicho brevemente, el presente invento com-
prende el lavado de un aceite vegetal desengomado con una

233279

28 ENI



solución acuosa de ácido tánico. El ácido tánico debe hallarse presente en el agua de lavado en una concentración de 0,25 a 5% en peso del agua y la cantidad de agua utilizada debe ser de 3 a 20% referido al peso del aceite desengomado que se lava.

5

La operación de lavado puede realizarse bien en forma de cargas en una caldera grande provista de agitador, o en forma continua utilizando centrífugas u otros separadores de tipo conocido. La operación de lavado puede efectuarse en una única fase de lavado o en etapas repetidas de lavado. La calefacción y la agitación mejoran la eficacia del tratamiento y acortan el tiempo necesario. Por ejemplo, en una operación de lavado por cargas, la agitación de la mezola durante 10 minutos a una temperatura de unos 80-88° C da resultados muy satisfactorios.

10

15

Un objeto importante del invento es un método nuevo y perfeccionado de lavar aceites vegetales desengomados, particularmente aceite de soja, cuyo método es capaz de reducir las pérdidas de aceite en la fase acuosa, de mejorar la separación en fases y de comunicar una estabilidad de color mejorada a los aceites en caliente.

20

Otro objeto del invento es un método perfeccionado de lavar aceites vegetales que hayan sido desengomados mediante el empleo de un anhídrido de ácido (por ejemplo anhídrido acético) cuyo método perfeccionado comprende el lavado del aceite desengomado con una solución acuosa de ácido tánico.

25

233279



Otro objeto importante del invento es un método perfeccionado de refinar aceites vegetales, especialmente aceite de soja, que comprende el desengomado del aceite crudo con una solución acuosa que contenga una pequeña cantidad de un anhídrido de ácido (por ejemplo, anhídrido acético), la separación del aceite desengomado de la fase acuosa, el lavado del aceite desengomado con una solución acuosa de ácido tánico y la separación del aceite desengomado lavado a partir de la fase acuosa.

Otros determinados objetos del invento se harán evidentes en parte y aparecerán, en parte en lo que sigue.

Para comprender de forma más completa la naturaleza y límites del invento puede hacerse referencia a la siguiente descripción detallada del mismo, en la que se indican ejemplos aclaratorios.

Este invento, en su forma más amplia, es de utilidad en relación con aquellos aceites vegetales que se someten al desengomado. Sin embargo, su mayor utilidad se halla en relación con el aceite de soja que, desde el punto de vista comercial, es el aceite vegetal más importante que se desengoma en gran escala. Otros aceites vegetales que pueden desengomarse y lavarse de acuerdo con este invento incluyen el aceites de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de cacahuetes, aceites de linaza, aceite de perilla y aceite tureg.



233279

Ejemplo 1

1500 g de aceite de soja extraído (esto es, aceite obtenido por el proceso de extracción con disolvente) se calentó a una temperatura de 60° C y se añadieron al aceite con agitación 1,5 g de anhídrido acético. Al cabo de 5 minutos se añadieron 22,5 g de agua y la mezcla se agitó durante 15 minutos, durante cuyo tiempo la temperatura se elevó a 85° C. La mezcla se introdujo entonces en una centrífuga y se centrifugó durante 15 minutos a 1800 rpm (revoluciones por minuto) con objeto de separar el componente acuoso que contiene las gomas, del aceite. El aceite resultante estaba libre de borra en caliente y por ácidos, de acuerdo con el ensayo de borra de Gardner. El aceite se blanqueó durante el ensayo de Gardner.

Una muestra de 400 g del aceite desengomado se lavó con 60 g de agua ordinaria por agitación del agua en el aceite desengomado y agitación de la mezcla durante 10 minutos a 79,44° C. La mezcla se separó entonces en una fase aceitosa y una fase acuosa por centrifugación. Una segunda muestra de 400 g del aceite de soja desengomado se lavó, análogamente, con 60 g de una solución acuosa que contenía 0,25% en peso de ácido tánico. El lavado se realizó del mismo modo, esto es, agitando durante 10 minutos a 79,44° C. La mezcla resultante se separó entonces por centrifugación en una fase aceitosa y una fase acuosa.

Las fases acuosas obtenidas de lavar las dos muestras de aceite desengomado se conservaron evaporando

233279



1957

5 cada una hasta un residuo de peso constante. En el caso de la muestra que se lavó con agua ordinaria solamente, se encontró que contenía 16,5% de sustancia seca y este residuo era soluble en hexano en la extensión de un 92,0%. El agua de lavado de la segunda muestra que contenía el ácido tánico se encontró que por evaporización a sequedad dió solamente 4,5% de sustancia seca. Este residuo era soluble en hexano en una extensión del 87,0%.

10 Por consiguiente, la pérdida de aceite en la fase acuosa fue 2,2% de aceite cuando el aceite desengomado se lavó con agua ordinaria sola, pero fue solamente 0,58% cuando se lavó con agua que contenía 0,25% de ácido tánico. Por lo tanto, cuando se utiliza agua sola en el lavado de aceites desengomados, la pérdida de aceite fue 3,8
15 veces mayor que cuando se empleó agua de lavado que contenía 0,25% de ácido tánico.

Ejemplo 2

20 Una muestra de aceite crudo de maiz de extracción se desengomó utilizando 0,1% de anhídrido acético referido al peso del aceite y 3% de agua referido al peso del aceite. Una muestra de 400 g del aceite de maiz desengomado se lavó con 15% de agua ordinaria a 79,44° C, agitando durante 10 minutos. Una segunda muestra de 400 g del aceite de maiz desengomado se lavó de forma idéntica
25 con un 15% de una solución acuosa al 0,5% de ácido tánico. La primera muestra, que se lavó con agua sola, dió una fa-

233279



5 se densa o fase acuosa que estaba en forma de una emulsión persistente, que no fluye con facilidad, mientras que la segunda muestra, que se lavó con la solución de ácido tánico, dió una fase acuosa fluida que fluye con facilidad. La tabla siguiente indica los resultados de la pérdida de aceite en las dos muestras:

| <u>Agente de lavado</u> | <u>% d.s. en agua</u> | <u>% de aceite en agua</u> | <u>% de pérdida de aceite</u> |
|-------------------------|-----------------------|----------------------------|-------------------------------|
| 1. agua | 23,3 | 22,0 | 3,3 |
| 2. ácido tánico al 0,5% | 10,3 | 8,0 | 1,2 |

10 Por tanto, la pérdida de aceite en la muestra lavada simplemente con agua ordinaria fué 2,75 veces mayor que la pérdida de aceite en la muestra que se había lavado con la solución de ácido tánico.

Ejemplo 3

15 Aceite de soja crudo se desengomó continuamente en una instalación continua de refinado de aceite en la que se introdujo primeramente 1% de anhídrido acético en la corriente de aceite crudo y, a continuación, se introdujo continuamente un 2% de agua y la mezcla resultante
20 después de mantenerse durante un periodo de 3 minutos en un mezclador continuo se hizo pasar a un separador centrífugo continuo. El aceite desengomado se descargó en forma continua a partir de un conducto del separador y las gomas húmedas se separaron continuamente por otro. El aceite desen-

233279

26 EN



gomado se descargó a la velocidad de 2250 kg/hora. En un ensayo el aceite desengomado se lavó simplemente con agua ordinaria y en otro ensayo se lavó con agua ordinaria que contenía 0,25% de ácido tánico. En cada ensayo el aceite desengomado se sometió a dos lavados, el primer lavado se efectuó a 82,22° C y el segundo a 87,78° C. En cada caso el agua ordinaria del lavado o la solución de ácido tánico se añadió a la velocidad de 18 kg/hora al aceite desengomado en cada uno de los dos lavados. Cada lavado duró aproximadamente 3 a 5 minutos y se efectuó en un recipiente de mezclado apropiado que se calienta a la temperatura indicada. Los resultados de los ensayos se dan en la tabla siguiente:

| | Control | | Primer lavado ácido tánico | Segundo lavado agua |
|--------------------------------|----------------------|-----------------------|----------------------------|---------------------|
| | Primer lavado (agua) | Segundo lavado (agua) | | |
| % d.s. en agua | 9,49 | 4,63 | 3,64 | 1,40 |
| % de aceite en agua | 7,36 | 4,26 | 1,10 | 0,60 |
| % de pérdida de aceite (total) | 0,76 | | 0,11 | |

Se observará que la pérdida de aceite en el ensayo en que se utilizó simplemente agua ordinaria fue, aproximadamente, 7 veces mayor que para el ensayo en el que se utilizó una solución de lavado con ácido tánico.

Según se indicó anteriormente, aunque el

- 10 -

233270

2^o ENE



presente invento es especialmente útil junto con el método de refinado de aceites vegetales con anhídrido acético también es útil para lavar aceites vegetales que hayan sido desengomados con agua sola. El ejemplo siguiente se refiere a este empleo:

Ejemplo 4

2500 g de aceite de soja crudo extraído se calentaron a 60 ° C y se añadieron a ellos con agitación 40 g de agua destilada. Después de agitar durante 30 minutos la mezcla agua-aceite se centrifugó con objeto de separar del aceite los productos gomosos hidratados. El aceite desengomado se decantó y dos muestras de 400 g del mismo se lavaron una con agua sola y otra con solución de ácido tánico al 0,25%. Cada una de las muestras de 400 g de aceite de soja desengomado con agua se calentó en un baño maría a 60° C agitándola con 60 ml de agua de lavado o solución de lavado y continuando la agitación hasta que la temperatura alcanzó 79,44° C, lo que tuvo lugar en unos minutos. Cada mezcla se centrifugó y la fase acuosa se decantó cuidadosamente y se pasó a una cápsula tarada para pesada. La sustancia seca total de la fase acuosa se determinó evaporando primero en baño de vapor y, a continuación, durante una hora en una estufa a 110° C. La sustancia seca que queda se disolvió en éter de petróleo y se filtró a través de un papel duro para determinar el contenido total en grasa de la fase acuosa. La tabla siguiente indica los resultados obtenidos:

233279



| | <u>Control</u> | <u>Acido tánico al 0,25%</u> |
|----------------------------|----------------|----------------------------------|
| % d.s. en fase acuosa | 19,8 | 11,7 |
| % de aceite en fase acuosa | 18,1 | 10,6 |
| % de pérdida de aceite | 2,7 | 1,6 |

5 Se observará que cuando se utilizó agua sola para lavar el aceite de soja que había sido desengomado con agua solamente, la pérdida de aceite fué, aproximadamente, 1,7 veces mayor que cuando el agua de lavado contenía 0,25% de ácido tánico.

El ejemplo siguiente sirve para aclarar el perfeccionamiento en la estabilidad del color en caliente que se alcanza lavando un aceite vegetal desengomado con una solución de ácido tánico:

10 Ejemplo 5

15 Se preparó un aceite sin borra, según Gardner, a partir de aceite de soja crudo extraído, utilizando el procedimiento de desengomado con anhídrido acético. Dos muestras del aceite de soja desengomado se lavarón, una simplemente con agua y la otra con una solución de ácido tánico al 1,0%. La estabilidad del color del aceite lavado se determinó por calefacción del aceite a 315° C manteniendo esta temperatura durante 2 horas. Después de frío, se comparó el color del aceite con una escala de Gardner Standard y se obtu-

20 vieron los siguientes resultados:

233279



Color de Gardner
A2 las dos horas a 315° C

1. Sin lavar Pardo oscuro fuera de la escala
2. Lavado con agua " " " " "
3. Lavado con ácido
 tánico al 1% 4-5

De la descripción y ejemplos anteriores será evidente que el invento puede practicarse de un gran número de formas y pueden efectuarse una serie de variaciones en los ejemplos anteriores. Según se indicó antes, el agua de lavado debe contener convenientemente de 0,25 a 5% en peso de ácido tánico, y una solución de lavado semejante puede utilizarse en una cantidad igual a un 3-20% en peso referido al peso de aceite desengomado que se lava. Aunque el ácido tánico no es un producto químico costoso, no hay necesidad de emplear más que la cantidad que da resultados satisfactorios.

Al realizar el proceso de desengomado con anhídrido acético debe utilizarse por lo menos un 1,5% de agua referido al peso del aceite, y la temperatura debe hallarse en el intervalo de unos 40 a 100 °C con agitación suficiente y tiempo de permanencia para que tenga lugar la acción de desengomado.

A la vista de la descripción anterior, los prácticos en la materia serán capaces de realizar el invento bien de acuerdo con las formas específicas y directrices aquí indicadas para realizarlo o bien de acuerdo con otras formas

233279

28 EN



que resultarán evidentes. Por consiguiente, todo lo indicado anteriormente debe interpretarse como aclaratorio y no en el sentido limitativo.

5

La presente solicitud que corresponde a la presentada en E.E.U.U. el día 20 de Abril de 1.956 bajo el número 579.461, se acoge a los beneficios del Arts 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

---- N O T A ----

10

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

15

1ª.- Perfeccionamientos introducidos en los métodos de tratamiento de aceites vegetales en que se desengoma un aceite vegetal y se lava el aceite desengomado, que comprenden el lavado del aceite vegetal desengomado con una solución acuosa de ácido tánico.

2ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 1, que comprenden el lavado del aceite vegetal desengomado con un 3 a 20% referido al peso del acei-

233279

26 EN



te de una solución acuosa que contenga de 0,25 a 5%, referido al peso de agua de ácido tánico.

5 3^a.-Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 1, que comprenden la mezcla con el aceite desengomado de un 3 a 20% referido al peso de aceite de una solución acuosa que contenga de 0,25 a 5% referido al peso de agua de ácido tánico, la agitación de la mezcla a temperatura elevada y la separación de la fase aceitosa y de la fase acuosa.

10 4^a.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 3, según los cuales dicha mezcla se calienta por lo menos a unos 80° C y se mezcla íntimamente por lo menos durante 10 minutos.

15 5^a.- Perfeccionamientos en los métodos de refinado de un aceite vegetal que comprenden la mezcla íntima con el aceite vegetal de agua de desengomado de una pequeña cantidad de un anhídrido de ácido elegido del grupo que consta de los anhídridos de ácidos monobásicos y dibásicos alifáticos alquílicos inferiores, la separación
20 de la fase acuosa del aceite desengomado y el lavado del aceite desengomado con una solución acuosa de ácido tánico.

25 6^a.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 5 que comprenden el lavado del aceite vegetal desengomado con un 3 a 20% referido al peso del aceite de una solución acuosa que contenga de 0,25 a 5% referido al peso de agua de ácido tánico.

7^a.- Perfeccionamientos de acuerdo con la

233219

26 ENE



reivindicación 5, según los cuales dicho anhídrido de ácido se elige de entre anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido maleico o anhídrido succínico.

5

82.- Perfeccionamientos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes según los cuales el citado aceite vegetal es aceite de soja.

92.- Perfeccionamientos introducidos en los métodos de tratamiento de aceites vegetales.

10

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

Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid

26 ENE. 1957

P.A.

Alberto de Ezaburu
Por Poder

16