

AÑO 1958

Expediente núm.



241760

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
241760

PATENTE DE INTRODUCCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** introduccion por 20 años, en España

a favor de

Don Carmelo Vaccarino y Don Giuseppe Vaccarino, de nacionalidad
italiana domiciliado en Giammoro (Messina) Italia
calle de (sin más señas) núm. -

por:

Procedimiento para neutralizar aceites vegetales o animales-

Nº 5049

Bat.

Agente Sr. ROEB (D. Guillermo).



241760

Memoria Descriptiva

para

una patente de INTRODUCCION, por 10 años,

a favor de

Don Carmelo Vaccarino,

-italianos-

Don Giuseppe Vaccarino,

residente en

Giammoro -Messina- Italia

-sin más señas-

por:

-Procedimiento para neutralizar aceites vegetales
o animales-.

(Basada en la patente italiana Nº 550940 del día
7 de Junio 1955.



241760

5 El procedimiento convencional de neutralización empleado en las refinerías consistente en tratar los aceites o grasas con sosa cáustica en estado caliente o frío, seguido este tratamiento de varias operaciones de lavado, precipitación con sales, etc., tiene el inconveniente de que una cantidad considerable de aceite neutro se arrastra por la pasta saponificadora juntamente con el jabón de los ácidos grasos, perjudicando de este modo el rendimiento en aceite refinado.

10 Para reducir estas pérdidas se han seguido diversos procedimientos, tales como la centrifugación de las pastas, la neutralización en proceso continuo empleando centrifugas especiales y así otros. Ninguno de estos procedimientos más o menos complicados ha tenido éxito para eliminar o reducir este perjuicio en un grado importante.

15 Por el contrario, el procedimiento según el invento presente, permite reducir la indicada pérdida en aceite neutro a una cantidad muy pequeña y además en muchos casos permite obtener un aceite mejorado y de color más claro, en comparación con el obtenido por los métodos tradicionales.

20 El principio en que se basa el nuevo procedimiento consiste en que el procedimiento neutralizador con sosa cáustica o con otros álcalis se realiza después de haber disuelto el aceite en un disolvente con características de solubilidad completa para las grasas y para el agua a la temperatura del local o a una temperatura un poco superior a la temperatura del local.
25 cal.



241760

Disolventes con estas características son por ejemplo; la acetona, dioxano, alcohol isopropílico, etc. Entre ellos, sin embargo el más interesante para la aplicación industrial es al presente la acetona, atendiendo a su bajo coste y al hecho de que no forma con el agua mezclas azeotrópicas y por consiguiente se la puede volver al ciclo concentrándola en una columna rectificadora.

Existen ya estudios y se han concedido patentes sobre la neutralización de aceite disuelto en disolventes, mediante álcalis; pero en estos procedimientos se han seguido principios totalmente distintos del principio del presente procedimiento.

Por ejemplo, se han propuesto procedimientos para neutralizar aceite disuelto en hexano, que es un disolvente en el que el aceite es soluble, pero no lo es la disolución de álcalis ni el jabón formado. En este procedimiento el disolvente solo tiene el cometido de disolver el aceite y el permitir un contacto más fácil con los álcalis, mientras que el jabón se separa en la forma de masas insolubles. En la práctica no ha tenido éxito este procedimiento a causa de la dificultad de separar el jabón de la fase oleosa. Una excepción se encuentra en el procedimiento Solexol que emplea propano líquido bajo presión.

Según otros estudios la neutralización se realiza trabajando en presencia de alcohol etílico o de otro alcohol. En este caso el disolvente (que disuelve al aceite sólo muy parcialmente) tiene el cometido de disolver el jabón produciendo una disolución que no posee características coloidales



241760

Y que por consiguiente no tiene tendencia a formar emulsiones. Sin embargo, todos estos procedimientos no han llegado a aplicarse en la práctica.

5 El procedimiento según el presente invento emplea por el contrario, como se ha dicho, disolventes dotados de solubilidad completa tanto para los aceites como para el agua. Con estos disolventes es posible neutralizar totalmente la acidez libre de los aceites empleando álcalis en disolución acuosa y en estado frío y por consiguiente sin atacar en grado apreciable el aceite neutro (y esto aún empleando álcalis en fuerte concentración). Este fenómeno se explica probablemente por la circunstancia de que por disolver el disolvente la grasa y el agua, la reacción neutralizadora tiene lugar prácticamente en fase homogénea.

10

15 Si la operación se realiza con álcalis, el jabón que se forma permanece disuelto en el agua contenida en los álcalis. Por el contrario, en el caso de que se empleen para la neutralización álcalis en disolución concentrada, el jabón se separa parcialmente en estado sólido pero puede disolverse fácil y completamente agregando después a la mezcla más agua. En todo caso para completar la neutralización se agrega un volumen grande de agua caliente que tiene por objeto diluir el disolvente en tal grado que el aceite neutro se haga insoluble en él. De este modo se forman dos capas: una capa oleosa que

20

25 contiene todo el aceite neutro y una pequeña cantidad de disolvente, y otra capa acuosa que contiene toda el agua con el jabón disuelto juntamente con todas las impurezas solubles en el



241760

agua y con la mayor parte del disolvente.

Como la capa aceitosa no contiene una cantidad importante de agua, está libre de jabón, mientras que la capa acuosa, en la que está completamente disuelto el jabón, se encuentra prácticamente libre de aceite neutro. Es evidente que si la operación se realiza de este modo se consiguen varios objetos de extrema importancia, a saber;

- a/ La neutralización se realiza en estado frío y de modo total sin producir ningún ataque al aceite neutro.
- b/ Se tiene la posibilidad de separar el jabón formado en la forma de una disolución acuosa clara, evitando la pérdida de aceite neutro debida al material arrastrado inevitablemente cuando el jabón se separa en forma de una pasta.
- c/ Siendo la indicada fase acuosa rica en disolvente, la disolución de jabón no posee características coloidales sensibles y por tanto no tiene tendencia a formar emulsiones, espuma, etc.
- d/ Por el hecho de que las sustancias presentes solubles en agua como el tanino, gossypol, se encuentran en estado de una sal álcalina, etc., estas últimas se disuelven en la fase acuosa y se obtiene un aceite de elevada pureza y de fino color.



241760

5 Para reducir el tiempo de contacto entre la disolución del aceite en el disolvente y el álcali, la neutralización puede realizarse de modo continuo, introduciendo simultáneamente los dos reaccionantes líquidos en un mezclador o en otro equipo adecuado para obtener su mezcla íntima. Las cantidades reaccionantes deben medirse exactamente mediante sistemas de ajuste adecuado.

10 Para facilitar la separación de las dos capas obtenidas por la neutralización, ya sea el procedimiento continuo o discontinuo, puede ser también conveniente introducir la mezcla de los dos líquidos, después de diluir con agua, si hace falta, en una centrífuga (cerrada y adecuada para disolventes volátiles). De la centrífuga sale luego por un lado el aceite neutralizado conteniendo poco disolvente, y por otro lado la disolución jabonosa. En casos particulares para facilitar la separación de las dos capas puede ser conveniente agregar un exceso de álcali o de sal, por ejemplo la adición de cloruro o sulfato sódico en la cantidad de dos a cinco por ciento en peso, calculado por el aceite tratado.

20 Para evitar fenómenos de oxidación puede ser también conveniente agregar sustancias reductoras, como sulfitos, hiposulfitos o similares.

25 Las dos fases separadas se destilan separadamente para recuperar el disolvente. De ese modo se obtiene por un lado el aceite perfectamente neutralizado y de color fino que puede destinarse a la alimentación después de someterlo a los procedimientos ordinarios de decoloración, desmargariniza-



241760

5 ción, desodoración, etc.; y por otro lado, se obtiene una disolución de jabón disuelto en agua que contiene las impurezas, si existen, lo mismo que las sustancias colorantes solubles en agua. De esta disolución pueden recuperarse los ácidos grasos por los procedimientos de acidificación conocidos.

10 El presente procedimiento se presta de modo particular muy bien para neutralizar aceite de algodón. Este aceite contiene de hecho una cantidad considerable de un colorante llamado gossypol, que con sosa cáustica forma un compuesto soluble en agua. Si este aceite se trata del modo antes explicado, todo el gossypol, además del jabón, pasa a la fase acuosa y el aceite neutro obtenido en la otra fase se recupera en estado de elevada pureza y con un color que no puede conseguirse por los métodos ordinarios. El procedimiento permite
15 también evitar pérdidas por refinado que resultan particularmente graves si el aceite de algodón se trata por el procedimiento convencional de neutralización en una caldera.

20 El presente procedimiento puede ventajosamente emplearse en combinación con el procedimiento de la solubilidad de patente italiana nº 22.483 relativa a la extracción de aceite de semillas o frutos oleosos por medio de un disolvente soluble en agua. Este procedimiento de extracción de aceite comprende el empleo de disolventes que al mismo tiempo son lipofílicos e hidrofílicos, de clase similar a los empleados
25 en el presente procedimiento de neutralización. Consiguientemente el tratamiento con sosa cáustica puede realizarse directamente sobre la mezcla de aceite en el disolvente según se ob-



241760

5 tiene del extractor (parcialmente concentrado si hace falta).
Esto supone una economía considerable y una simplificación considerable del procedimiento ya que de las semillas o frutos oleosos se recupera directamente el aceite neutralizado, el cual con unos pocos tratamientos sencillos de filtración y, si se necesita, de decoloración y de desodorización, puede emplearse como aceite comestible.

10 Si el procedimiento antes indicado de extracción y neutralización simultáneas se aplica a la semilla de algodón, se logra un resultado particularmente interesante ya que los disolventes lipofílicos e hidrofílicos descritos no solo realizan la extracción del aceite sino también en grado más o menos grande la del gossypol y de otras sustancias perjudiciales contenidas en la semilla de algodón. Esta circunstancia permite obtener un pasto de algodón exhausto que está prácticamente exento de gossypol y que se presta muy bien como forraje para cualquier clase de ganado. La mezcla de aceite de algodón en disolventes se neutraliza a su vez directamente del modo descrito, dado el caso después de concentración parcial, para reducir las cantidades de disolventes que se han de tratar y así se obtiene un aceite de algodón con un grado elevado de color y calidad.

25 Este procedimiento de extracción y neutralización simultáneas puede aplicarse bien para extraer directamente la harina de algodón con el disolvente descrito, bien para someter dicha harina a un prensado preliminar en prensas continuas y para tratar con disolvente las tortas prensadas. El acei-



241760

te obtenido en el prensado puede agregarse en este caso a la mezcla en disolvente para neutralizarlo conjuntamente con el aceite recuperado por extracción.

5 Con objeto de explicar el procedimiento del presente invento lo ilustraremos con los siguientes ejemplos sin que se haya de limitar a los mismos.

10 Ejemplo 1º. 20 quintales de aceite de oliva con 6 % de ácida extraído por prensado se disuelven en 60 quintales de acetona con 95 % de concentración. La disolución se lleva a un aparato cerrado de neutralización con un agitador y dentro del cual se introduce una disolución de sosa cáustica de 15° Bé en una cantidad igual a vez y media la cantidad teóricamente necesaria para neutralizar la ácida del aceite. El tiempo de contacto en el neutralizador es de 10 minutos. Una vez realizada la neutralización, se introducen en el aparato 100 quintales de agua caliente a 70 grados C y el conjunto se agita. La mezcla así obtenida separada en dos fases se lleva a un separador centrífugo de tipo cerrado adecuado para disolventes volátiles, el cual separa la mezcla en sus dos fases, una de las cuales está constituida por una disolución jabonosa en agua que contiene la acetona, el exceso de

15

20

25



241760

5
10
15
20
25

sosa y las impurezas, mientras que la otra fase contiene el aceite neutralizado con unos 8 % de acetona. Las dos disoluciones se calientan separadamente a una temperatura de 110° C para evaporar completamente el disolvente. Así se obtienen 1,850 Kg. de aceite neutralizado (coeficiente de pérdida 1,25), que se decoloran con 0,8 % de arcilla grasa. Después de evaporar la acetona contenida en la disolución jabonosa, quedan pastas jabonosas disueltas en agua y se vuelven a tratar con ácido sulfúrico para recuperar los ácidos grasos por los métodos ordinarios.

Ejemplo 2º. 1.000 quintales de semillas de algodón con un contenido medio de 18 % de aceite con 3 % de acidez se mondan y limpian de linters y se muelen por los procedimientos normales para obtener 600 quintales de pulpa molida de algodón conteniendo 178 quintales de aceite y 400 quintales de cáscaras y linters que contienen 2 quintales de aceite. La pulpa molida se introduce en una instalación de extracción del tipo rotatorio ordinario, pero se trabaja con acetona como disolvente. La acetona empleada tiene un contenido de agua de 4,5 %. En la extracción se obtienen 424 quintales de harina de algodón



24 1760

5

10

15

20

25

agotada de color muy pálido, conteniendo unos 2 quintales de aceite y unos 0,03 % de gossypol, y además 150,000 de litros de una mezcla de acetona conteniendo 176 quintales de aceite y también prácticamente todo el gossypol y toda el agua que estaba contenida en la pulpa tratada. La indicada mezcla se concentra en un concentrador continuo para reducir su volumen a unos 50,000 litros, luego se extrae y se pasa a un mezclador continuo en el que se agrega una cantidad de disolución de sosa cáustica (conteniendo 40 % de NaOH) que corresponda a un exceso de 200 % sobre la acidez que se ha de neutralizar. A la mezcla neutralizada que abandona el mezclador se incorpora aproximadamente igual volumen de agua a la temperatura de 50° C y luego se conduce a un separador centrífugo del tipo cerrado conveniente para disolventes volátiles, el cual separa las dos fases, una constituida por aceite neutro conteniendo unos 10 % de acetona y la otra constituida por agua conteniendo el exceso de sosa cáustica, jabón disuelto y gossypol en forma de una sal soluble de sodio. La fase oleosa se envía a una columna de destilación continua al vacío,



241760

5 en la que se eliminan todas las trazas de
acetona; de modo que se obtienen 169 quinta-
les de aceite neutralizado (con 0,25 % de
ácidez), con un color delicado y el cual pue-
de enviarse a las subsiguientes etapas de
refinado. La fase acuosa se envía también a
una columna de destilación para trabajarse
a presión ordinaria, en la que el líquido
se pone a una temperatura de 100° C de modo
que se recupera toda la acetona contenida
10 en él. Los vapores condensados de acetona se
conducen a un depósito de acetona diluida
desde el cual se vuelven al ciclo después de
rectificarse en una columna rectificadora
especial.

15 Ejemplo 3º. 500 quintales de semillas de
algodón con un contenido medio de 18,5 % de
aceite con 2,5 % de acidez, se limpian de
linters, se mondan y muelen por los procedi-
mientos normales para obtener 290 quintales
20 de harina de algodón. Esta harina se somete
a un primer prensado en prensas continuas
(expulsores) para obtener 62 quintales de
aceite por presión y unos 225 quintales de
tortas de algodón conteniendo unos 29,5 quin-
tales de aceite. Estas tortas se tratan en
25 una instalación de extracción continua de co-
lumna sistema OLIER, en la que se emplea ace-



241760

5

10

15

20

25

tona como disolvente. La mezcla acetónica así obtenida se concentra y los 62 quintales de aceite obtenidos por presión se agregan a éstos. El volumen total de la mezcla así obtenida es de unos 28.000 litros. Esta mezcla, separada en 4 partes, se neutraliza empleando en total 180 kg. de una disolución de sosa cáustica al 40 %. Este tratamiento se realiza en una caldera con una capacidad de unos 20.000 litros equipada de un agitador, en la que se introducen de una vez 7.000 litros de mezcla. Una vez efectuada la neutralización, se diluye la masa con 10.000 litros de agua a la temperatura de 50° C de modo que se disuelve todo el jabón y la sal sódica de gossypol, en tanto que el aceite neutralizado de color pálido, se separa en la parte superior. Después de 10 minutos se decantan y por el fondo se sacan unos 12.000 litros de disolución clara que contiene la mayor parte de la acetona. El residuo se centrifuga en un separador centrifugo del tipo cerrado, que de modo contínuo separa el aceite neutralizado (conteniendo unos 8 % de acetona) del resto de la disolución acuosa. El aceite se priva de la acetona calentandolo hasta 115° C en corriente de



241760

vapor sobrecalentado, mientras que la fase acuosa se destila en un aparato equipado por arriba de una columna rectificadora, de modo que por arriba solo se elimina la acetona concentrada que se vuelve al ciclo.

Ejemplo 4°. 20 quintales de aceite de huesos de uva con 2,5 % de acidez, obtenidos por extracción con hexano se diluyen en 40 quintales de dioxano, se neutraliza la disolución agregando 15 Kgs. de potasa cáustica disueltos en 50 kgs., de agua. Después de neutralizar se agregan a 80° C 80 quintales de agua para disolver completamente las pastas jabonosas y separar la mezcla en dos fases. Se centrifuga el conjunto y por un lado se obtiene el aceite conteniendo un poco de dioxano y por otro lado, una disolución diluida de dioxano conteniendo todo el jabón. Después de eliminar el disolvente del aceite por evaporación en corriente de vapor, se obtienen 1,930 Kgs., de aceite neutralizado de color delicado.

.



241760

N O T A

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1a.- Procedimiento para neutralizar aceites vegetales o animales, caracterizado porque los aceites se disuelven en un disolvente dotado de solubilidad completa para las grasas y para el agua. Este disolvente se designará en las siguientes notas, para simplificar, como "disolvente lipofílico-hidrofílico". La disolución así obtenida se trata con una disolución acuosa de un álcali hasta neutralización, previniéndose
10 preferentemente medios para facilitar u acelerar el contacto entre dichas disoluciones, obteniéndose de este modo dos fases líquidas no miscibles entre sí, que luego se separan utilizando sus distintas densidades y subsiguientemente se someten a
15 destilación para recuperar el disolvente, obteniendo por un lado el aceite neutro y por otro lado una mezcla de agua, jabón e impurezas solubles en agua.

2a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque el procedimiento de neutralización descrito se aplica directamente a la mezcla de aceite
20 y disolvente como se obtiene por extracción de semillas o frutos oleosos por medio de un disolvente "lipofílico-hidrofílico" de la clase definida.

3a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 2^o, caracterizado porque la mezcla de aceite en el di-
25



241760

solvente de la clase descrita como se obtiene por el procedimiento de extracción, se concentra parcialmente antes de someterla a la neutralización por el método descrito.

5 4a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 2º, caracterizado porque la semilla o fruto oleoso que se ha de tratar, se somete durante la primera etapa a un prensado continuo, mientras que las tortas obtenidas del prensado se extraen con un disolvente del tipo "lipofílico-hidrofílico".

10 5a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º, caracterizado porque se emplea acetona como un "disolvente lipofílico-hidrofílico".

6a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º, caracterizado porque la neutralización se realiza con un hidróxido alcalino en disolución acuosa.

15 7a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º, caracterizado porque la neutralización se realiza con una disolución alcalina de concentración superior a 30 %.

20 8a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º, caracterizado porque la neutralización se realiza en presencia de una pequeña cantidad de agua y porque el material obtenido se diluye después con agua para disolver las pastas jabonosas que se separan en una fase claramente diferenciada del aceite neutralizado.

25 9a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º, caracterizado porque la neutralización se realiza a una temperatura superior a 40º C.



241760

10a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque la neutralización se realiza con un exceso de álcali superior a la cantidad teórica.

5 11a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 10^o, caracterizado porque el exceso empleado de álcali es superior al doble de la cantidad teórica con relación a la acidez del aceite.

10 12a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque se emplea sosa cáustica para la neutralización.

13a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque se emplea potasa cáustica para la neutralización.

15 14a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque se emplea carbonato sódico para la neutralización.

20 15a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque juntamente con álcali se agregan sales solubles en agua para facilitar la separación de los dos líquidos no miscibles entre sí, obtenidos después de neutralizar.

25 16a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque el disolvente y el aceite se encuentran en relación volumétrica superior a 2:1.

17a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque el disolvente empleado posee una concentración superior a 95 % (a saber, contiene me-



241760

nos de 5 % de agua).

5 18a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque después de efectuada la neutralización, se efectúa la separación por decantación de la capa acuosa inferior, mientras que por la parte superior se agrega agua caliente para eliminar todas las emulsiones eventuales.

10 19a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 18^o, caracterizado porque se agrega una mezcla de agua y disolvente.

15 20a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque el tratamiento de la mezcla oleosa con álcali se realiza en un mezclador continuo provisto del equipo necesario para ajustar la proporción de los líquidos reaccionantes y el tiempo de permanencia.

20 21a. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque la separación de la fase conteniendo el aceite neutralizado de la que contiene el jabón, se realiza por medio de un separador centrífugo.

25 22a.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1^o, caracterizado porque después de la neutralización se efectúa una primera separación por decantación de la fase acuosa clara que contiene el jabón, mientras que la porción superior y la porción intermedia que contiene el aceite neutralizado juntamente con agua, acetona e impurezas, se envían a la centrifugación.



241760

23a.- Procedimiento para neutralizar aceites vegetales o animales.

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

La cual consta de 19 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 6 Mayo 1958