



PATENTE  
DE  
INVENCION

25 18 91

por "PROCEDIMIENTO, CON SU APARATO DE REALIZACION CORRESPONDIENTE, PARA LA DETERMINACION RAPIDA DE LA RIQUEZA GRASA DE DETERMINADOS PRODUCTOS", a favor de DON LUIS DE LARA BARBERAN, de nacionalidad española, domiciliado en Arjona (Jaen), "Cervantes nº 6".

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento, con su aparato de realización correspondiente, para la determinación de la riqueza grasa de determinados productos.

Este procedimiento tiene su principal aplicación como control de fabricación en las industrias oleaginosas.

El procedimiento objeto de la presente invención se caracteriza por reducir al mínimo el error en la citada determinación de riqueza grasa, por efectuar simultáneamente y en las mismas condiciones la extracción de varias muestras, por el poco volumen del aparato realizador del mismo y por el escaso tiempo que se emplea en llevar a cabo el análisis en cuestión.

Estas características lo hacen pues muy apropiado para utilizar procedimiento y aparato realizador en las fábricas extractoras de aceite de oliva, orujeras, etc., en cuyas

25 18 9 1



industrias es del máximo interés el agotamiento en los productos residuales.

5. En los procedimientos y aparatos realizadores conocidos se tratan en general las muestras aisladamente, determinando su riqueza en grasa en el producto de locionar, con la consiguiente dificultad para separar por evaporación el disolvente, sobre todo en sus últimas porciones, resultando un proceso complejo y lento.

10. En la presente invención se determina dicha riqueza en grasa por diferencia de pesada, puestos los productos en adecuados cartuchos, que al permitir analizar varias muestras de distintas procedencias, reducen a una sola operación lo que, en los extractores que pudiéramos llamar clásicos, exigen operaciones aisladas y sucesivas, con la consiguiente pérdida de tiempo. Estas muestras van rotuladas con tinte ordinaria y sobre las mismas se puede hacer las anotaciones pertinentes.

20. El procedimiento que nos ocupa se desarrolla del modo siguiente; se desmenuzan las pastas a analizar en adecuado mortero, o mejor en molinos de rodillos efectuando en ellos la trituration y el laminado de las pastas que, por la plasticidad del producto, queda así perfectamente homogeneizado al permanecer adheridos pulpa y hueso en sus proporciones naturales. Seguidamente se pone cada muestra dentro de un cartucho bastando en general, por ejemplo con el orujo, 20 gramos en cada muestra, y siendo cinco el número preferido de muestras a analizar en cada operación.

30. Se secan en estufa a peso constante y temperatura de 110° y una vez secas se introducen en el aparato extractor, que se describirá después, y realizando el tratamiento según la

25 18 91



- técnica que luego detallaremos, hasta conseguir el agotamiento de dichas muestras, se retiran del extractor, se airean los cartuchos tratados para que pierdan la mayor parte del disolvente empleado y se termina la eliminación del disolvente en
5. estufe otra vez pero sin que la temperatura exceda de la utilizada en la previa desecación, ya que de rebasarla pudieran producirse destilaciones que confundirían los cálculos sobre la proporción de grasa al establecer la pesada por diferencia.
- El extractor para el análisis de las muestras es un aparato
10. de destilación en circuito susceptible de alojar varias muestras a la vez sobre las que se produce un agotamiento prácticamente total con un disolvente común, cuyo extractor se ilustra en la figura adjunta como ejemplo de realización no limitativo.
15. Consta el aparato de tres partes fundamentales de fácil separación para desmontaje y limpieza, con la subsiguiente carga para nueva medición analítica. Estas partes son; un matraz 1 donde se recoge el disolvente, un cuerpo central 6 para alojar las muestras apiladas en sus cartuchos y un refrigerante
20. 2 en la parte superior del aparato, y que vierte sobre el cuerpo central. lleva además una pequeña resistencia eléctrica 7 para caldear el matraz 1, una instalación de agua para la refrigeración con entrada y salida en 8 y 9, una tubuladura lateral 5 para subida de los vapores del disolvente y una llave 2
25. protegida que pone o no en comunicación, y dentro de la posición comunicante, con paso regulable, el cuerpo central con el matraz.
- La superficie cilíndrica 4 del cuerpo central 6 tiene un diámetro tal que permite adecuado ajuste a los cartuchos con
30. muestras en él alojados.

25 18 91



- Desarmado el aparato es fácil colocar dichas muestras en el citado cuerpo 6, y una vez empalmadas sus partes se cierra la llave 2 vertiendo entonces el disolvente en la tubuladura axial de la parte refrigerante desde la cual cae al cuerpo central 6 y empapa las muestras y aun se le permite rebasar en unos centímetros la pila de cartuchos. Entonces se abre la llave 2 y pasa el disolvente al matraz 1 en la cantidad que excede a la que empapó las muestras, es decir, que los cartuchos quedan solamente empapados de disolvente.
- 5.
10. Se enciende la resistencia eléctrica, poniendo entre el matraz y la misma una amplia rejilla de amianto; pueden ponerse en el matraz unas perlas de vidrio para hacer mas regular la ebullición del disolvente.
15. Cuando este calentamiento del matraz empieza se cierra de nuevo la llave 2 y a los pocos minutos comienza a evaporarse el disolvente hasta adquirir su máxima intensidad en su ebullición ascendiendo los vapores por la tubuladura lateral 5 hasta alcanzar el refrigerante 3 en donde se condensan dichos vapores cayendo entonces sobre los cartuchos, y como la llave 2 sigue cerrada, recobraré el disolvente, al cabo de un cierto tiempo, su primitivo nivel, y caso de haber pérdidas se aumentará la cantidad de disolvente para mantener siempre el exceso de nivel de la columna líquida sobre la de los cartuchos, exceso que puede cifrarse en unos 5 cm. Se abre entonces con precaución la llave 2 de suerte que la cantidad de disolvente que caiga al matraz 1 sea igual a la que se recupera por destilación, es decir, se crea una corriente circulatoria con disolvente renovado que, al atravesar uniformemente la masa total de los cartuchos, produce su rápido y
- 20.
- 25.
- 30.

25 18 91



total agotamiento, conociéndose el momento en que esto ocurre al observar que el disolvente llega al matraz con las mismas características de color y transparencia que tenía en su aspecto inicial.

5. Se cierra entonces completamente la llave 2 y se continúa la destilación para recuperar la casi totalidad del disolvente, procurando en todo momento que no quede seco el matraz ya que como sigue actuando sobre él el calor podría deteriorarse, puesto que cuanto menos disolvente queda en él mas se elevará la temperatura.

Se desconectan entonces las partes del aparato, cerrando la corriente de refrigeración, y se pasa el disolvente recuperado a su recipiente de reposición.

15. Se introduce una varilla de alambre por el orificio de la llave 2 unida al cuerpo central 6, empujando hacia fuera los cartuchos, quedando así terminada esta fase analítica.

20. El efecto extractor de este aparato es eficaz porque los cartuchos, como hemos dicho, se adaptan ajustadamente a la pared cilíndrica 4 del cuerpo 6 por lo que la columna de disolvente pasa uniformemente a través de los mismos, sin que haya ulterior impregnación con la mezcla de disolvente y grasa, como ocurre en otros extractores hoy en uso, sino que, por el contrario, en este extractor, al descender por gravedad el disolvente, las partes agotadas no se vuelven ya a poner en contacto con el producto de la loción, por cuya causa se produce el agotamiento con la mayor rapidez.

25. De lo antes expuesto se deduce que la cantidad de grasa de cada muestra, según esta invención, se determina por diferencia de pesada que se lleva a cabo correctamente según la técnica conocida, siendo este procedimiento mas aconse-
- 30.



251891

jeble como ya antes se indicó.

- En resumen, para el tratamiento según la invención, y dada la adaptación de los cartuchos a su alojamiento, con la consiguiente posibilidad de crear un exceso de altura en la columna del disolvente respecto a la de los cartuchos, es importante que el disolvente que sobrepasa a esta columna de cartuchos no llegue al orificio superior de la tubuladura, a lo que contribuye la marcha del aparato, ya que si corramos demasiado la llave 2 se va elevando el nivel del líquido que pudiera entonces llegar al citado orificio y establecer una circulación de retorno a través del mismo sin conseguir por ello el efecto deseado, y si abrimos demasiado dicha llave 2 nunca se logrará formar sobre los cartuchos el apetecido exceso que los mantiene bañados y en las mejores condiciones de agotamiento; la práctica es la mejor consejera para conseguir este equilibrio y por consiguiente el perfecto funcionamiento.
5. columna del disolvente respecto a la de los cartuchos, es importante que el disolvente que sobrepasa a esta columna de cartuchos no llegue al orificio superior de la tubuladura, a lo que contribuye la marcha del aparato, ya que si corramos demasiado la llave 2 se va elevando el nivel del líquido que pudiera entonces llegar al citado orificio y establecer una circulación de retorno a través del mismo sin conseguir por ello el efecto deseado, y si abrimos demasiado dicha llave 2 nunca se logrará formar sobre los cartuchos el apetecido exceso que los mantiene bañados y en las mejores condiciones de agotamiento; la práctica es la mejor consejera para conseguir este equilibrio y por consiguiente el perfecto funcionamiento.
10. que pudiera entonces llegar al citado orificio y establecer una circulación de retorno a través del mismo sin conseguir por ello el efecto deseado, y si abrimos demasiado dicha llave 2 nunca se logrará formar sobre los cartuchos el apetecido exceso que los mantiene bañados y en las mejores condiciones de agotamiento; la práctica es la mejor consejera para conseguir este equilibrio y por consiguiente el perfecto funcionamiento.
15. conseguir este equilibrio y por consiguiente el perfecto funcionamiento.

- Los antes expuesto es aplicable a orujos y asimismo lo es para aceitunas con la variante de tener que añadir a la masa de las mismas una cantidad proporcional de orujo perfectamente seco (de determinaciones anteriores) al objeto de que absorba el exceso de humedad y grasa, que haga mas fácil su manipulación y evite las pérdidas que necesariamente habrían de producirse por impregnación de los distintos utensilios empleados en la determinación.
20. de las mismas una cantidad proporcional de orujo perfectamente seco (de determinaciones anteriores) al objeto de que absorba el exceso de humedad y grasa, que haga mas fácil su manipulación y evite las pérdidas que necesariamente habrían de producirse por impregnación de los distintos utensilios empleados en la determinación.
25. en la determinación.

- En el tratamiento objeto de esta invención se han ensayado los disolventes mas generalmente conocidos; éter sulfúrico, éter de petróleo y tricloruro de etilo. Operando con ellos sobre orujo molturado y sometido a una idéntica homogeneización, los resultados fueron similares para uno u otro disol-
30. los resultados fueron similares para uno u otro disol-

25 18 91



vente y como el mas cómodo de ellos es el éter sulfúrico, dado su mas bajo punto de ebullición y escasa toxicidad, éste ha sido el utilizado pero sin que ello suponga limitación alguna, ya que el extractor de la invención funciona análogamente con cualquiera de los disolventes clásicos.

5.

Como ejemplo de realización con el extractor de la invención en la fase que el mismo compete en la determinación de riqueza grasa de un orujo, exponemos a continuación el detalle de las operaciones efectuadas en dicho análisis:

10.

PESADAS DIRECTAS (Pesos brutos en gramos)

A Tara	2 g.
B Orujo a analizar homogeneizado	22 g.
D Orujo desecado	16,90 g.
G Orujo agotado	15,38 g.

PESOS DEDUCIDOS (Pesos netos en gramos).

15.

C = (B-A) Orujo	20 g.
E = (B-D) Humedad	5,10 g.
F = (D-A) Orujo desecado	14,90 g.
H = (D-G) Grasa	1,52 g.

PORCENTAJES

DE HUMEDAD EN EL ORUJO ENSAYADO en %

$$I = \frac{E}{C} \times 100 = 25,50\%$$

20.

DE GRASA EN EL ORUJO DESECADO en %

$$J = \frac{H}{F} \times 100 = 10,20\%$$

$$K = 0,75J = 7,65\%$$

DE GRASA EN EL ORUJO ENSAYADO en %

$$I = \frac{H}{C} \times 100 = 7,60\%$$

25.

Resultan pues como porcentajes equivalentes de riqueza:

Riqueza en grasa de pasta de orujo seca (Humedad = cero) 10,20 %

Riqueza en grasa de pasta de orujo normal (Humedad = 25%) 7,65 %

30.

Riqueza en grasa de pasta de orujo analizada (Humedad = 15,50%) 7,60 %

25 18 91



N O T A

Hecha la descripción del presente invento se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

5. 1.- Procedimiento, con su aparato de realización correspondiente, para la determinación rápida de la riqueza grasa de determinados productos, particularmente aplicable a las industrias oleaginosas como control de fabricación, caracterizado porque se tratan a la vez varias muestras del producto graso a analizar empleando un mismo disolvente en la simultánea extracción hasta agotamiento total de las migmas y sin que en momento alguno sean sometidas las citadas muestras a impregnación con mezcla de disolvente y grasa, habiendo siempre un exceso de disolvente y realizándose el proceso en ciclo cerrado, determinándose la riqueza en grasa por diferencia de pesada de las muestras secas iniciales y las migmas tratadas
10. y ya secas, obteniéndose como resultado final y simultáneamente las cifras de riqueza correspondientes a cada una de las muestras tratadas en cada operación.
15. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque cada porción del producto a tratar es colocada en un cartucho en cantidad que, preferiblemente, oscila alrededor de los 10 a los 20 gramos, siendo asimismo preferible tratar a la vez cinco muestras que se secan previamente en estufa a temperatura aproximada de 110° y una vez secas se introducen en
20. el aparato extractor donde son embebidas con el disolvente de suerte que siempre haya un exceso de este disolvente, exceso que recogido en un recipiente que forma parte del extractor, es sometido a un caldeo que produce la consiguiente evaporación y ul-
- 25.



- terior condensación de los vapores producidos que vuelven al alojamiento de las muestras y de allí al recipiente colector regulándose la circulación en ciclo cerrado que continúa hasta que el disolvente recogido ofrezca de nuevo las características físicas iniciales, prosiguiendo algo más la destilación para recuperar todo lo posible el disolvente, retirando seguidamente las muestras del extractor, aireándolas para eliminar la mayor parte del disolvente y siguiendo un secado en estufa a temperatura que no exceda, sino que sea algo inferior, a la del secado inicial.
- 5.
- 10.

- 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, en el que el aparato realizador del mismo se caracteriza por constar de tres partes principales dispuestas en alineación vertical y con empalmes que permitan su fácil montaje y desmontaje, cuyas partes, de abajo a arriba, son, un matraz, un cuerpo intermedio y un sistema de refrigeración, completando el aparato una tubuladura lateral entre el matraz y el sistema de refrigeración, una llave protegida intercalada entre el matraz y el extremo inferior del cuerpo intermedio y una resistencia eléctrica dispuesta en la base de apoyo del matraz.
- 15.
- 20.

- 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, para cuya realización en su fase analítica funciona el extractor del modo siguiente; desarmado el aparato de extracción en sus tres partes fundamentales, se disponen en el cuerpo intermedio los cartuchos conteniendo las muestras previamente desecadas, de suerte que estos cartuchos cilíndricos ajusten exactamente en la pared asimismo cilíndrica del mencionado cuerpo intermedio sin que quede alrededor intersticio alguno, armándose seguidamente el extractor y vertiéndose disolvente por una tubuladura axialmente dispuesta en el sistema superior de refrigera-
- 25.
- 30.

25 18 91



- ción cayendo por su propio peso al cuerpo intermedio y con la llave de paso cerrada, con lo cual el disolvente irá empapando las muestras dispuestas en dicho cuerpo y rebasará el extremo superior de la pile que las mismas forman, siendo conveniente que la altura de este exceso de disolvente sobre la citada pile sea de unos 5 cm, aproximadamente, y seguidamente se abre la referida llave de paso para que el exceso de disolvente caiga al matraz inferior, y calentando este matraz, previo nuevo cierre de la mencionada llave, se producirá la evaporación del mismo cuyos vapores, ascendiendo por la tubuladura lateral, llegarán al sistema de refrigeración, ya en funciones mediante establecimiento de corriente de agua, y al condensarse caerá sobre las muestras con un exceso en su altura similar al del vertido inicial, abriendo luego la llave de paso la cantidad necesaria para que pase al matraz solamente la cantidad de disolvente necesaria para que al evaporarse y ascender sus vapores al sistema de refrigeración, compensen, ya condensados, la cantidad que haya ido pasando al matraz, prolongándose algo mas la destilación para recuperar la mayor cantidad posible de disolvente, y siguiendo el desarmado del aparato y expulsión de las muestras mediante un alambre que se introduce a través del orificio de la llave de paso anexa al cuerpo intermedio, muestras que siguen las restantes fases ya señaladas.
- 5.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, en el que cuando se trata de determinar la riqueza grasa en las aceitunas, se añade a la masa a tratar una cantidad proporcional de orujo perfectamente seco.
- 6.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, para cuya realización se emplea cualquiera de los disolven-

25 18 91



tes clásicos y, de preferencia, éter sulfúrico por su mas bajo punto de ebullición y menor toxicidad respecto a los otros.

7.- Procedimiento, con su aparato de realización correspondiente, para la determinación rápida de la riqueza grasa de determinados productos.

5.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara y de una lámina de dibujos.

Madrid, a 3 de Septiembre de 1959.

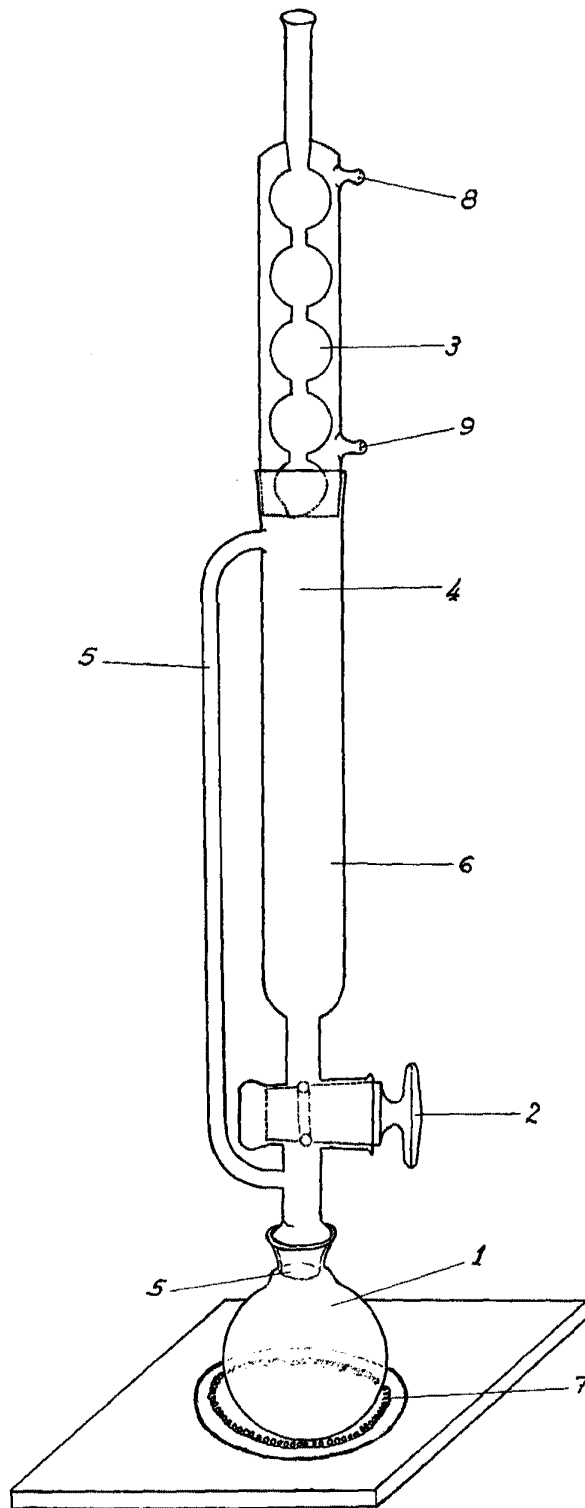
Luis de LARA BARBERÁN.

P. S.

JOSE BERNARDINI

20

25182



*Madrid 3 Septiembre 1959*

*Escala Variable*