

252763

18 NOV. 1959

P - 13837

A 42332 Case U.S. 817.467  
AMS/IJ (AMS)



252763

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 ROHM & HAAS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 222 West Washington Square, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE JUGOS DE AZUCAR"

Esta invención se refiere a la purificación de jugos de azúcar brutos.

Para la purificación de jugo de azúcar bruto se han empleado varios procedimientos por medio de resinas de cambio iónico. Prácticamente en todos los casos, estos métodos son de tal naturaleza que no han encontrado aceptación en escala industrial. En las raras ocasiones en que las técnicas de cambio iónico han sido adoptadas por la industria de fabricación de azúcar, el proceso empleado sigue invariablemente las técnicas de purificación antiguas, más corrientes. Tales medidas de purificación según se vienen em-

25 27 63

pleando hasta ahora pueden consistir, típicamente, en agregar una cantidad varias veces mayor de cal con doble carbonatación, con la consiguiente necesidad de instalar hornos de cal y turbo-compresores para CO<sub>2</sub>. Por otra parte, puede emplearse un tratamiento calco-sulfuroso. En todo caso, se necesitan filtraciones y calentamientos repetidos, con la consiguiente pérdida de calor y azúcar y también desperdicio de tiempo y mano de obra.

En la patente española de la solicitante N<sup>o</sup> 230.582, concedida el 30 de Noviembre de 1956, se describe un medio para superar las características inconvenientes de los procesos de la técnica anterior. Dicho medio consiste en el empleo de resinas sintéticas de cambio iónico para la purificación de jugos de azúcar según se obtienen de la difusión o trituración y prensado, cualquiera que sea la materia prima de donde derivan los jugos. El azúcar que se quiere purificar puede proceder también de melazas. El procedimiento de la invención anterior mencionada permite reducir o incluso eliminar cualquier otro método de purificación previo, incluyendo los procesos calco-carbónico y calco-sulfuroso, con lo cual se economiza coste de la instalación, tiempo y mano de obra. La presente invención constituye un perfeccionamiento aun mayor con relación a los métodos de la técnica anterior puesto que consigue todos los objetivos que se alcanzaban con la patente 230.582 de la solicitante y esto con eficiencia aún mayor, aumentando las economías de tiempo, materiales y equipo y dando como resultado además un producto muy mejorado.

En la patente 230.582, la invención consistía en el tratamiento de jugo de azúcar bruto con una resina de cambio aniónico en la forma hidróxido, de manera que se convirtieran en los correspondientes hidróxidos las sales que pudiera haber en el mencionado jugo. El jugo así tratado, se trataba después con una sal metálica

25 27 63



acuosoluble que daba un hidróxido metálico insoluble en agua. Las sales metálicas acuosolubles que se han empleado eran los sulfatos o los cloruros de aluminio, hierro o manganeso. Los hidróxidos metálicos insolubles en agua que se formaban eran de carácter flocculento, y servían para coagular las impurezas desde el azúcar, que entonces podían eliminarse por decantación, sedimentación, filtración y similares.

En la práctica de la patente española 230.582 se presentaban ciertos inconvenientes que impedían su aceptación comercial en amplia escala. Por un lado, la sal metálica preferida, sulfato de aluminio, e incluso algunas de las otras que se comportaban casi del mismo modo, eran relativamente demasiado caras. Pero, lo más importante es que los precipitados flocculentos obtenidos de esta manera son de tal naturaleza que necesitan un equipo de filtración caro y relativamente complicado, siendo la solución alternativa el consumo de periodos de tiempo excesivamente largos para separar los jugos purificados del precipitado. Análogamente, eran necesarios agentes auxiliares de la filtración, de naturaleza química, para acelerar el proceso; pero, esto a su vez, aumentaba el coste de la operación de purificación de azúcar, en la que existe gran competencia.

Una de las razones del coste excesivo de la sal metálica empleada en la patente 230.582 de la solicitante era que se necesitaban cantidades relativamente grandes de la misma para formar el precipitado flocculento requerido. Aparte del costo, se reconocía que esto era un inconveniente, porque tendía a introducir cantidades excesivas de materias extrañas que, si no se convertían totalmente en el precipitado filtrable, podían dar resultado insatisfactorio. Otra objeción a esta necesidad de introducir una cantidad tan considerable de solución de sal metálica era el hecho de que rebajaba el pH de la solución del jugo de azúcar, desde los valores de 11 a 12 que tenía al salir del cambiador aniónico fuer-

25 27 63

18



temente básico, hasta aproximadamente 5 a 6. En ciertas circunstancias, había que cuidar a veces de que no descendiese el pH mucho, con el fin de evitar la inversión del azúcar que tiene lugar en ciertas condiciones de acidez.

5 En el presente perfeccionamiento, se eliminan todas las características inconvenientes de la patente 230.582, al mismo tiempo y de una sola vez, y se proporciona un procedimiento para la purificación de jugos de azúcar por medio de resinas sintéticas de cambio iónico que comprende, primero, tratar los jugos de  
10 azúcar, por lo menos a la temperatura ambiente, con una resina de cambio aniónico fuertemente básica en la forma hidróxido, de manera que se comuniquen a los jugos un pH fuertemente alcalino; a continuación, tratar los jugos con una sal cálcica y, finalmente, separar las sales insolubles de los jugos de azúcar así purificados.

15 Lo mismo que antes, la solicitante trata los jugos de azúcar brutos, o melazas parcialmente desmineralizadas, con un cambiador aniónico fuertemente básico. Los jugos efluentes en este punto son, lo mismo que antes, de naturaleza muy alcalina con un pH de aproximadamente 11 a 12. Los jugos se tratan después con  $\text{CaSO}_4$  o  
20  $\text{CaCl}_2$ , el primero en una suspensión acuosa o en forma seca pulverulenta (puesto que es prácticamente insoluble en agua) y el último en solución acuosa. Al pH inicial, elevado, parece que los complejos orgánicos no-azúcar contenidos en los jugos azucarados se desdoblan, y los aminoácidos anfóteros y otras impurezas análogas se convierten en su forma aniónica. Cuando se añaden las  
25 sales cálcicas, no producen efecto apreciable sobre el pH fuertemente alcalino de la solución y, en estas condiciones, los iones cálcicos son receptivos a la reacción con los materiales anfóteros presentes, de modo que constituyen sales insolubles con ellos.

30 Como el sulfato cálcico es insoluble, su empleo, incluso

25 27 63



5 en cantidades grandes, de acuerdo con la presente invención de la solicitante, no disminuiría la pureza del producto final ni originaría ningún problema especial en cuanto se refiere a la eliminación de cualquier exceso de sal, puesto que puede filtrarse fácilmente. Como es natural, el cloruro cálcico, por ser soluble en agua, no entra dentro de esta misma categoría. Sin embargo como cantidades de  $\text{CaCl}_2$  sólo extraordinariamente pequeñas efectúan la precipitación deseada de los materiales anfóteros, las cantidades empleadas no originan ningún efecto desfavorable de importancia sobre la pureza del producto resultante. El empleo de cantidades tan pequeñas de  $\text{CaCl}_2$ , y esto vale también para  $\text{CaSO}_4$ , origina, además, una disminución extraordinaria en la cantidad y coste de los reactivos empleados en la patente 230.582 de la solicitante. El perfeccionamiento notable que se logra mediante el uso de  $\text{CaCl}_2$  o  $\text{CaSO}_4$ , en lugar del  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  de la descripción de la patente anterior de la solicitante, puede comprenderse fácilmente por el ejemplo 1 que se da a continuación.

#### Ejemplo 1

20 Se dispone una columna de cambio iónico en la que se ponen 1,15 litros de una resina de cambio aniónico fuertemente básica para formar una capa de 60 cm. de altura. Esta resina era de una variedad bien conocida, constituida por un copolímero de estireno-divinilbenceno, de enlace tridimensional, poroso, que tiene grupos de hidróxido de amonio cuaternario unidos por un grupo metileno a los anillos del estireno y que lleva sobre el nitrógeno dos grupos metilo y un grupo hidroxietilo. La resina era regenerada con 200 gr. de NaOH en forma de disolución al 10% y se lavaba con 10 litros de agua de la cañería.

30 Se hizo pasar a través de la columna de cambio iónico un

25 27 63



total de 5,0 litros de jugo de difusión, a la velocidad de 80 ml. por minuto. Este jugo, que era una solución acuosa obtenida a partir de rajas de remolacha por difusión, tenía las siguientes cifras analíticas:

<u>Bx</u>	<u>Sacarosa</u>	<u>Pureza</u>	<u>pH</u>
15,65	13,40	85,62	6,3

El efluente recogido daba el siguiente análisis:

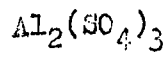
<u>Bx</u>	<u>Sacarosa</u>	<u>Pureza</u>	<u>pH</u>
13,8	12,40	89,7	11,50

Este efluente se dividía en dos partes iguales, y cada una de ellas se utilizaba para realizar los siguientes experimentos, todos a la temperatura ambiente:

Sobre 2,50 litros, se añadieron 54 ml. de una solución al 30 % de  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ . Se dejaron sedimentar después partes alícuotas (500 ml., pH 6), y se midió la cantidad de sedimentación que tiene lugar al cabo de 10 minutos, determinando el volumen de solución clara formada en una probeta graduada de 500 ml. Se decantó el líquido claro y luego se determinó la velocidad de filtración filtrando el resto de la solución por un embudo cónico de 10 cm. que llevaba un papel de filtro normal, en un vaso graduado de 500 ml., y leyendo el volumen de solución clara que se formaba al final de un intervalo equivalente de 10 minutos. Se utilizó después el mismo procedimiento con otra parte alícuota, a excepción de que se utilizaron 54 ml. de una solución al 30% de  $CaCl_2$  en lugar del  $Al_2(SO_4)_3$ . Los resultados fueron los siguientes:

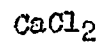


25 27 63



	<u>Tiempo (min.)</u>	<u>Volumen de solución clara (ml. en vaso de 500 ml)</u>
Sedimentación	10	2,5
Filtración	10	75,0

<u>Bx</u>	<u>Sacarosa</u>	<u>Pureza</u>	<u>pH</u>
13	11,85	91,15	5,7



	<u>Tiempo (min.)</u>	<u>Volumen de solución clara (ml. en vaso de 500 ml.)</u>
Sedimentación	10	11
Filtración	10	210

<u>Bx</u>	<u>Sacarosa</u>	<u>Pureza</u>	<u>pH</u>
13,80	11,69	84,7	11,2

Los resultados anteriores indican que el precipitado que se formó cuando se emplea CaCl<sub>2</sub> tenía una velocidad de sedimentación que era aparentemente cuatro veces mayor que el formado cuando se utilizaba exactamente la misma cantidad de Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>. Análogamente, la velocidad de filtración del primero es aproximadamente tres veces mayor que la del último. Naturalmente, la disminución de pureza del producto de azúcar fué mayor en el caso de utilizar el CaCl<sub>2</sub> que cuando se empleaba Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, debido al hecho de que se ha usado un exceso de CaCl<sub>2</sub> con respecto a la cantidad necesaria para originar el precipitado deseado y un producto de azúcar resultante de pureza aceptable. Se realizaron ensayos comparativos para demostrar la eficacia del CaSO<sub>4</sub> y también de mezclas de CaCl<sub>2</sub> y CaSO<sub>4</sub>. En los ejemplos 2, 3 y 4 que se dan a continuación, se

25 27 63



describen los procedimientos y los resultados.

Ejemplo 2

Se empleó una columna de cambio aniónico fuertemente básica como la que se ha descrito en el Ejemplo 1 anterior, a excepción de que la resina se regeneró con 38 gr. de NaOH como solución al 4 % y se lavó con 7 litros de agua de la cañería.

Se hizo pasar por la columna un total de 7,5 litros de jugo de difusión de rodajas de remolacha, a la velocidad de 80 ml. por minuto. El análisis de este jugo fué

<u>Bx</u>	<u>Sacarosa</u>	<u>Pureza</u>	<u>pH</u>
14,20	12,6	88,7	6,45

El efluente recogido daba el siguiente análisis:

<u>Bx</u>	<u>Sacarosa</u>	<u>Pureza</u>	<u>pH</u>
12,80	11,8	92,19	11,10

Este efluente se dividió en tres partes iguales. Una se utilizó para realizar los siguientes experimentos (empleándose las otras dos en los experimentos que se describen como ejemplos 3 y 4 que se dan más adelante):

Una porción de 2,5 litros se subdividió nuevamente en cuatro partes alícuotas de 500 ml. A cada una de estas partes alícuotas se añadió una cantidad creciente de una suspensión de  $\text{CaSO}_4$  al 30 %. El grado de sedimentación y el de filtración se determinaron de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo 1. Los resultados fueron los siguientes:

25 27 63

18 N



Volumen de solución clara después de 10 minutos  
(ml. en vaso graduado de 500 cc.)

Cantidad de $\text{CaSO}_4$	5 ml. (1,5 gr)	10 ml.	15 ml.	25 ml.
Sedimentación	10	10	30	50
Filtración	295	295	315	315

Análisis del producto

Bx	12,6	12,6	12,6	12,4
% Sacarosa	11,55	11,45	11,50	11,35
Pureza	91,66	90,87	91,27	91,53
pH	10,9	10,85	10,95	10,95

Ejemplo 3

Una segunda porción de 2,5 litros del efluente mencionado en el ejemplo 2 se subdividió nuevamente en 4 partes alícuotas de 500 ml. A cada una de éstas se agregó una cantidad creciente de una solución de  $\text{CaCl}_2$  al 30 %. Se determinó el grado de sedimentación y el de filtración en un tiempo dado, según se ha descrito en el Ejemplo 1. Los resultados fueron los siguientes:

Volumen de solución clara después de 10 minutos  
(ml. en vaso graduado de 500 cc.)

Cantidad de $\text{CaCl}_2$	1 ml. (=0,3 gr.)	2 ml.	3 ml.	4 ml.
Sedimentación	1	5	5	11
Filtración	365	355	345	365

Análisis del producto

Bx	12,8	12,6	12,8	13
% Sacarosa	11,8	11,65	11,75	11,75
Pureza	95,16	92,46	91,86	90,38
pH	11,50	11,20	11,20	11,20

25 27 63



Ejemplo 4

Se tomó una parte alícuota de 500 ml. de la tercera porción de 2,5 litros del efluente mencionado en el ejemplo 2. Sobre esta parte alícuota se agregó 1 ml. de  $\text{CaCl}_2$  al 30% (0,30 gr) y 20 ml. de  $\text{CaSO}_4$  al 30% (= 6 gr). Se determinaron los grados de sedimentación y filtración subsiguiente en un tiempo dado, según se ha descrito en el Ejemplo 1. Los resultados fueron los siguientes:

Volumen de solución clara después de 10 minutos  
(ml. en vaso graduado de 500 cc.)

Sedimentación	45
Filtración	335

Análisis del producto

Ex	12,4
% Sacarosa	11,4
Pureza	91,9
pH	11,0

Una comparación de los datos que se dan en los ejemplos anteriores hace destacar fácilmente los perfeccionamientos notables arriba mencionados que logra la presente invención en comparación con el procedimiento descrito en la patente 230.582 de la solicitante. En comparación con  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , sólo se necesitan cantidades relativamente muy pequeñas de  $\text{CaSO}_4$  ó de  $\text{CaCl}_2$ , ó de una mezcla de los dos, para lograr la precipitación deseada y la purificación del azúcar resultante. Esto, como es lógico, aumenta el beneficio del usuario, tanto en lo que se refiere a la economía de reactivos como a la pureza del producto, puesto que se introducen cantidades tan relativamente insignificantes del material de floculación. El mantenimiento del pH altamente alcalino original que tienen los jugos efluentes después del tratamiento de cambio iónico

25 27 63

contribuye también al beneficio del usuario asegurando una máxima degradación de los complejos orgánicos no-azúcar y su formación de sales insolubles con los iones calcio, y asegurando además que no tiene lugar inversión del azúcar debida al predominio de condiciones ácidas.

Ejemplo 5

Una vez demostrado satisfactoriamente, en escala de laboratorio, el progreso técnico que se proporciona por la presente invención, se han realizado nuevos ensayos en escala de planta piloto, de tipo comercial. Para este fin, se utilizó una columna de cambio iónico que tenía las siguientes características:

Diámetro	90 mm.
Volumen de resina	5,0 litros
Altura de la capa	76 cm.
Resina	Tipo amonio cuaternario fuertemente básica, en la forma $\text{OH}^-$ , según se describe en el Ejemplo 1.

Para estas pruebas, la resina se regeneró con 800 gr. de NaOH en forma de solución al 10%. La columna se lavó luego con 35 litros de agua de la cañería a la velocidad de 0,335 litros por minuto para los 6 primeros litros y luego de 1,34 litros por minuto al llegar al litro 29º. A continuación, se hacían pasar 32,5 litros de jugo de difusión bruto a través de la columna aniónica, seguidos de 4 litros de agua para desplazar la solución de azúcar (desendulzamiento). Los 3,5 litros primeros de efluente se desechan; los 33 litros siguientes de solución se recogen como producto. Los datos analíticos pueden resumirse así:

# 25 27 63



Afluente: Bx 12,65; % Sacarosa, 10,70; Pureza, 84,7.

Efluente: A 330 ml. se añaden 0,3 gr. de  $\text{CaSO}_4$  en polvo, luego se calienta a  $50^\circ \text{C}$  durante 3 minutos y se filtra.

5 Filtrado: Bx 11,30; % Sacarosa, 10,2; Pureza, 90,26.

A 32 litros del efluente anterior contenido en un tanque de mezclado adecuado se agregaron 90 gramos de  $\text{CaSO}_4$  comercial, en polvo, a  $50^\circ \text{C}$ . Después de agitar durante 5 minutos, la mayor parte del  $\text{CaSO}_4$  sedimentó en el fondo del tanque. Se retiraron cantidades de líquido del fondo y se retornaron al tanque. Ocurrió la floculación deseada. Después de agitar durante 7 minutos más, se dejó sedimentar el líquido durante 5 minutos. Se decantaron unos 16 litros de jugo claro. Los 16 litros restantes se filtraron a  $50^\circ \text{C}$ , por un filtro-prensa de 2 placas (tela de filtro de algodón normal, área de filtración 0,15 metros cuadrados). Los datos de filtración fueron los siguientes:

Tiempo (min)	Filtrado (litros/3 min)	Presión (atmos.)	Litros/min/ metro cuadrado
3	4,80	1,2	10,6
6	1,26	1,2	2,8
9	0,79	1,2	1,7
12	0,44	1,2	0,97
15	0,41	1,2	0,91
18	0,40	1,2	0,88
21	0,39	1,2	0,85
24	0,32	1,2	0,71
27	0,26	1,2	0,58
30	0,25	1,2	0,55
<b>TOTAL:</b>	<b>9,32</b>	<b>PROMEDIO:</b>	<b>2,28 1./min/m<sup>2</sup></b>

25 27 63



El espesor de la torta de filtración varió entre 5 mm. en el centro hasta 10 mm. en los bordes.

Ejemplo 6

5 Utilizando la misma columna que en el Ejemplo 5, se realizó la regeneración con 160 grs. de NaOH en forma de solución al 4 % (la velocidad fué 0,335 l./min. o 0,067 volúmenes de capa/min.) La columna se lavó luego con 31 litros de agua de la cañería, a una velocidad de 0,335 litros/min. para los 6 primeros litros y  
10 luego de 1,34 litros/min. en el litro 25º. A continuación, se hicieron pasar por la columna 32,5 litros de jugo de difusión bruto, seguidos de 4 litros de agua para desalojar la solución de azúcar. Los 3,5 litros primeros de efluente se desecharon. Los 33 litros siguientes se recogieron como producto. Los datos analíticos pueden  
15 resumirse así:

Afluente: Bx, 12,0; % Sacarosa, 10,1; Pureza, 84,16.

Efluente: A 330 ml. se añadió 1,0 gramo de  $\text{CaSO}_4$  sólido.

Después de calentar a 50º C., se filtró el líquido por un filtro cónico.  
20

Filtrado Bx, 10,9; % Sacarosa, 9,80; Pureza, 89,9.

Sobre 30 litros de efluente se agregaron 90 gramos de  $\text{CaSO}_4$  sólido. El líquido se calentó a 50º C en 3 minutos. Se paró la agitación. Después de 5 minutos, se decantaron unos 8,5 litros de líquido claro. El líquido remanente se filtró por un filtroprensa  
25 (4 placas) que tenía un área de filtración de 0,06 metros cuadrados y utilizaba tela de tipo de fibra corta corriente comunmente usado en las fábricas de azúcar. Los datos de filtración fueron  
30 los siguientes:

25 27 63



Tiempo (min.)	Filtrado (litros/3 min)	Presión (atmos)	Litros/min/metro cuadra- do.
3	0,980	2,5	5,44
6	0,420	2,6	2,33
9	0,340	2,6	1,88
12	0,300	2,6	1,67
15	0,240	2,6	1,33
18	0,220	2,6	1,22
21	0,190	2,5	1,06
24	0,170	2,5	0,94
27	0,160	2,5	0,89
30	<u>0,160</u>	2,5	<u>0,89</u>
TOTAL	3,18	PROMEDIO	1,77 l./min./m. <sup>2</sup>

El espesor de la torta de filtración es de 3-4 mm. como promedio.

#### Ejemplo 7

Utilizando la misma columna que en el Ejemplo 6, se realizaron la regeneración y el lavado como se ha descrito allí. Luego se hicieron pasar por la columna 25 litros del jugo de difusión seguidos de 4,0 litros de agua de la cañería. Después de tirar los 3,5 litros primeros, se recogieron los 25 litros siguientes como producto. Los datos analíticos fueron los siguientes:

Afluente: Bx 12,2; % Sacarosa, 10,3; Pureza, 84,4.

Efluente: A 8 litros, contenido en un vaso de 14,8 cm. de diámetro por 45 cm. de altura, se agregaron (a 22° C), 24 gr. de CaSO<sub>4</sub> en polvo. Después de agitar suavemente durante 2 minutos, se dejó que sedimentara la mezcla. La velocidad de sedimentación se midió así:

25 27 63



<u>Tiempo</u> <u>(min.)</u>	<u>Cc. de solución</u> <u>clara</u>	<u>Litros de solu-</u> <u>ción clara</u>
1	3,4	0,58
2	7,5	1,29
3	10,5	1,80
4	13,0	2,23
5	14,2	2,44
6	14,9	2,56
7	15,6	2,68
8	16,2	2,78
9	16,6	2,85
10	16,8	2,88
15	18,2	3,12
20	18,85	3,24

Se decantaron unos 3,2 litros de líquido claro del vaso y el resto se filtró por un filtro de arena de diseño especial. Este filtro tenía las dimensiones siguientes:

Diámetro	14,8 cm.
Profundidad de arena	9,0 cm.
Espacio vacío por encima de la arena	12,0 cm.

El volumen de arena en el filtro fué 1,54 litros. La superficie de la arena se rascó suavemente a medida que transcurrían la filtración. No se aplicó presión ni vacío, ya que los 12,0 cm. de presión hidrostática existente en el filtro parecen ser suficientes. La velocidad de filtración se aceleró notablemente por este medio. El resultado fué:

25 27 63 18



Tiempo (min.)	1	2	3	4	5	6
Ml. filtrado/min.	580	560	750	650	770	600

La velocidad promedio fué 651 ml.(min., que es equivalente a 37,84 litros/min./ metro cuadrado de superficie filtrante. El líquido decantado se filtró también por el filtro de arena comprobándose que la velocidad de filtración era aproximadamente igual que para la primera porción. Esto indica que, con el aparato de filtración de arena, el precipitado formado por el  $\text{CaSO}_4$  no opone prácticamente obstáculo al paso de líquido a través del filtro. Los filtrados combinados dieron el siguiente resultado analítico.

Ex, 9,8; % Sacarosa, 8,9; pureza, 90,8

El precipitado que se formó sobre la superficie de la arena tenía un espesor de unos 5 mm., habiendo penetrado parte del mismo en la arena hasta una profundidad de 3-4 cm.

Ejemplo 8

A otros 8,0 litros del efluente obtenido en el Ejemplo 7, se añadieron 8 ml. de  $\text{CaCl}_2$  al 30% (= 2,4 gr. de  $\text{CaCl}_2$  ó 0,03% con relación al jugo). El líquido se filtró a través del filtro de arena descrito arriba, rascando suavemente la superficie de la arena durante la filtración. La velocidad de filtración fué la siguiente:

Tiempo (min.)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Ml. filtrados por minuto:	900	940	900	710	810	750	760	650	665

La velocidad media fué 797 ml./min. Esto equivale a 46,34 litros por minuto, por metro cuadrado de superficie filtrante. El análisis del filtrado dió:

25 27 63

18 N



Bx, 9,8; % Sacarosa, 9,2; Pureza, 93,87.

Los datos que se dan en los ejemplos 5-8 ilustran claramente varios modos de poner en práctica la presente invención en escala industrial. Aunque el empleo de  $\text{CaSO}_4$  ó  $\text{CaCl}_2$  para formar los precipitados de acuerdo con la presente invención es mucho más práctico que el del  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  de la descripción anterior de la solicitante, por las muchas razones explicadas arriba y particularmente a causa de que disminuye grandemente el tiempo y el equipo costoso que se necesitan para filtrar el precipitado, hay otras muchas modificaciones que podrían emplearse a discreción.

El empleo de un filtro de arena sencillo se ha mencionado ya. En el funcionamiento de este filtro, la solución que se está filtrando se pasa en sentido descendente a través del lecho de arena mientras se hace funcionar suavemente un rastrillo conectado con el mismo, de manera que agita la superficie del lecho de arena y rompe cualquier torta que haya podido formarse en el mismo. Cuando hay que regenerar el filtro, se pasa agua en sentido ascendente por el lecho de arena y sale por la parte superior de la columna. De este modo se saca de la columna por lavado el sedimento que se forma en la parte superior del lecho. Un tanque de sedimentación sirve para clarificar el agua utilizada para el lavado por retorno, y esta clarificación permite que se haga recircular a través del lecho de arena. Cuando el agua de lavado por retorno que sale del lecho de arena está clara, se envía a un tanque de depósito en vez de hacerla pasar por el tanque de sedimentación. Cuando hay que regenerar el lecho de arena, este agua almacenada se utiliza de nuevo. Esta nueva utilización de la misma agua para lavado por retorno sirve como medio de recuperación del azúcar que queda en el lecho después de la filtración. Por la nueva utilización continua, el agua de lavado por retorno acumula un porcentaje sustan-

25 27 63



cial de azúcar y, cuando la concentración aumenta lo suficiente, puede tratarse la solución para extraer el azúcar.

Aunque el filtro de arena descrito puede ser un modo preferido de puesta en práctica, hay otros muchos modos de tratar los jugos después de añadir las sales cálcicas y de formarse un precipitado por ellas. Por ejemplo, si se utiliza equipo de sedimentación tal como el espesador Dorr que se encuentra en el comercio, puede obtenerse hasta 90% de jugo claro y solamente hay que filtrar 10% de sedimento, aproximadamente. Si solamente se dispone de un tanque de sedimentación sencillo, y se confía en la sedimentación natural, la fracción clara es 65% aproximadamente, debiendo filtrarse 35%. Si no se dispone de equipo de sedimentación, hay que enviar la totalidad del lote a través de los filtros. Como es natural, en todos los tres tipos de operaciones de filtración mencionadas, se ahorrará tiempo de filtración en proporción al grado de clarificación que pueda conseguirse por sedimentación.

El azúcar obtenido por los métodos descritos arriba suele ser un producto blanco completamente aceptable, dependiendo del tipo de jugo que se trate. En los casos en que quedan restos de materiales orgánicos que pueden ser la fuente de una ligera coloración, y cuando haya presentes algunas sales inorgánicas, puede ser conveniente tratar nuevamente esta solución de azúcar, de uno de los modos corrientes, con resinas aniónicas y catiónicas. Por ejemplo, la solución puede pasarse a través de una resina de hidróxido de amonio cuaternario constituida por resina de estireno de enlace tridimensional que tiene grupos metilo trimetilamonio, y luego a través de una resina de cambio catiónico carboxílica en forma hidrógeno, a la velocidad de 7,70 litros por 28,317 decímetros cúbicos, por minuto. Esta resina se forma por copolimerización de ácido meta-acrílico con un pequeño porcentaje de divinilbenceno. O

25 27 63

también, puede emplearse un lecho mixto de resinas catiónicas y aniónicas en lugar de los dos lechos separados. Podría emplearse también un lecho mixto como pre-tratamiento en el caso de melazas, antes de someter los jugos azucarados al proceso de esta invención.

5           Como incidental en la separación realizada por la presente invención, pueden extraerse de la torta de filtración, después de las operaciones de sedimentación y filtración descritas arriba, varios aminoácidos, tales como ácido glutámico, ácido aspártico y leucina que originalmente estaban presentes en las soluciones de  
10           azúcar o de melazas.

          Como una de las numerosas modificaciones al proceso aquí descrito, algunas de las cuales se han mencionado ya y otras se desprenderán lógicamente por los expertos en esta técnica, puede mencionarse el hecho de que la temperatura a que se tratan los ju-  
15           gos de azúcar puede variar desde la temperatura ambiente hasta un grado sustancialmente más elevado. El realizar el proceso a la temperatura ambiente tiene sus ventajas en cuanto al chorro de combustible, etc.; pero la temperatura elevada es algunas veces conveniente para acelerar la filtración. En realidad, incluso cuan-  
20           do hay que filtrar los precipitados más difíciles, a las temperaturas más elevadas (del orden de 40-50° C), la floculación mejora considerablemente y la filtración puede transcurrir a una velocidad de aproximadamente 42-49 litros/min./metro cuadrado, incluso sin agentes auxiliares de filtración. Como es natural, los agentes  
25           auxiliares de filtración bien conocidos, tal como Sucragel y otros, pueden utilizarse, si se desea.

          Otras modificaciones más serán recursos lógicos para los expertos en la técnica a que se refiere esta invención. Por ejemplo, puede emplearse cualquier resina de cambio aniónico fuertemente  
30           básica, en la forma hidróxido, por ejemplo, para convertir las sa-

25 27 63



5 Les contenidas en los jugos azucarados en los correspondientes hidróxidos antes de tratamiento con cloruro o sulfato cálcico. Se sobrentiende que, si se desea, puede emplearse incluso un lecho mixto o un sistema de dos lechos, a condición de que la disposición del lecho o el orden de tratamiento sean tales que el efluente de los mismos que contiene jugo de azúcar esté en la forma hidróxido.

10 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el día 2 de Junio de 1959, bajo el número 817.467, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

#### N O T A

15 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:

20 1ª. - Un procedimiento para la purificación de jugos de azúcar mediante resinas sintéticas de cambio iónico, caracterizado porque se tratan primeramente los jugos de azúcar por lo menos a la temperatura ambiente con una resina de cambio aniónico fuertemente básica en la forma hidróxido, de modo que se comunique a los jugos un pH fuertemente alcalino, y después se tratan los jugos con una sal cálcica y, finalmente, se separan las sales insolubles de los jugos de azúcar así purificados.

25 2ª. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que los mencionados jugos de azúcar proceden de melazas.

30 3ª. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó la 2, caracterizado por el hecho de que dicha sal cálcica es sul-

25 27 63 18 NOV 5



fato cálcico o cloruro cálcico, o una mezcla de los mismos.

5 4<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado por el hecho de que la resina de cambio aniónico fuertemente básica es un componente de un sistema de lecho mixto o de dos lechos de resinas de cambio aniónico y catiónico, ideado de manera que el efluente del mismo que contiene jugo de azúcar está en la forma hidróxido.

10 5<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que los jugos obtenidos después de la eliminación de las sales se tratan primero con una resina aniónica fuertemente básica y luego con una resina catiónica debilmente ácida.

15 6<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que el jugo obtenido después de la eliminación de las sales se trata con una resina aniónica en forma básica y con una resina catiónica en forma hidrógeno.

20 7<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que el jugo obtenido después de la eliminación de las sales se trata con un lecho mixto de resinas aniónica y catiónica.

25 8<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado por el hecho de que los jugos de azúcar se tratan primero con un lecho mixto de resinas aniónica y catiónica y luego se trata el efluente de los mismos con una resina de cambio aniónico fuertemente básica en la forma hidróxido, seguido de tratamiento con la sal cálcica y separación de las sales insolubles de los jugos de azúcar así purificados.

25 27 63

18 NOV



9ª. - Un procedimiento para la purificación de jugos de azúcar.

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

Esta Memoria consta de veintiuna hojas y la presente, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

18 NOV. 1959

P. A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder,