



1964

300181

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

por DIEZ años

cuyo privilegio se solicita para todo el territorio nacional, a favor del Patronato de Investigación Científica y Técnica "Juan de la Cierva", del Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Serrano, 150, Madrid, - por "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE - UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEITES", según la siguiente

MEMORIA DESCRIPTIVA

5

Este invento se refiere a la separación física de los componentes de los aceites vegetales y animales y materias relacionadas; y en particular está dirigido a mejoras en la cristalización fraccionada (winterization) de los aceites vegetales y animales, el fraccionamiento de estearinas animales y vegetales, y la separación y fraccionamiento de ácidos grasos mezclados, y derivados de aceites y grasas tales como aminas grasas, nitrilos grasos, ésteres de ácidos grasos y esteroides, fosfolípidos y ceras.

10

El primer propósito de la cristalización fraccionada (winterization), consiste en producir aceites que permanezcan claros a temperaturas más bajas que aquellas a las que los aceites no sometidos a ningún proceso permanecerían claros ordinariamente.

15

Usualmente, las condiciones en la industria requieren que una muestra de un aceite obtenido por cristalización fraccionada (winterized) de 4 onzas permanezca clara como mínimo durante 5 1/2 horas, cuando se sumerge en una mezcla de hielo molido y agua (32°F)

20



300181

Actualmente la cristalización fraccionada (winterization) se lleva a cabo de la siguiente manera:

25 1ª. Tanques de aceite se almacenan fuera durante el invierno mientras la cristalización tiene lugar gradualmente, y los cristales de "grasa espesa" caen al fondo.

30 El aceite claro que sobrenada, conocido como aceite obtenido por cristalización fraccionada (wintered oil) para distinguirlo del "aceite de verano", se deja fluir por algún punto elevado en el tanque. Este procedimiento permite una separación parcial de los constituyentes de más alto punto de fusión (estearina) de los constituyentes de punto de fusión más bajo (los aceites inverna-

35 2ª. Tanques de aceite son enfriados por una salmuera fría a través de serpentines colocados dentro de los tanques o el aceite es enfriado en tanques, colocados en una habitación fría aislada. El aceite es enfriado hasta que la cristalización es considerada completa, y el aceite es luego bombeado o conducido por gravedad o presión de aire a un filtro-prensa de bastidores.

40 Se realizan varios grados de enfriamiento controlado.

45 En el mejor procedimiento, los cristales se forman - enfriando lentamente desde una temperatura elevada a una temperatura más baja. Algunas veces el material es retenido un rato a una temperatura fija (usualmente indicada por desprendimiento del calor de cristalización y aparición de una ligera elevación en la temperatura) a fin de completar la cristalización, y el enfriamiento es luego continuado hasta un punto que está unos pocos grados por

50 debajo de la temperatura, a la cual el desprendimiento - decolor tiene lugar. Las grasas son luego filtradas para efectuar una separación de los constituyentes deseados, la estearina y el aceite obtenido por cristalización - fraccionada (winterized).



300181

55

En la industria de la oleomargarina (oleo oil and lard oil) se usa el siguiente procedimiento en el proceso de la oleo-margarina (oleo oil) (grasa de buey comestible) para producir oleo-margarina (oleo oil) de bajo punto de fusión y oleoestearina de alto punto de fusión.

60

La grasa se funde y distribuye en pequeños tanques transportables donde es reducida a una masa granulosa, pastosa reteniéndola a unos 95°F durante varios días. La masa parcialmente solidificada es sacada de los tanques, en porciones de unas pocas libras cada una, y éstas son en vueltas en telas y sometidas a presiones moderadas en una prensa hidráulica para que escurra la oleomargarina líquida y quede una torta de oleoestearina.

65

70

En la producción de aceites de pescado obtenidos por cristalización fraccionada (winterized) las grasas son generalmente enfriadas en un tanque o tanques, colocados en una habitación aislada fría y enfriada, y pasados a través de un filtro prensa de bastidores.

75

A menudo la grasa es pasada a través de cristalizadores continuos. Estos tienen transportadores rascadores que giran muy lentamente en cilindros horizontales. Tales rascadores eliminan las grasas solidificadas en la pared del cilindro y permiten la transferencia del calor desde la camisa exterior que contiene el medio refrigerador. Las grasas se filtran, como se ha descrito anteriormente para efectuar la separación de la estearina del aceite obtenido por cristalización fraccionada (winterized).

80

85

Se ha encontrado en la práctica que los rendimientos de los aceites obtenidos por cristalización fraccionada (winterized) generalmente son considerablemente más bajos que lo indicado por el análisis del material no cristalizado (winterized) siendo debidas tales pérdidas en el rendimiento al hecho de que la estearina eliminada del aceite contiene una cantidad considerable del aceite de bajo punto de fusión.

90



300181

95

Bailey señala que mientras que solamente necesita -- ser eliminado de un 3% al 12% de un aceite de algodón -- no cristalizado (winterized) para llenar las exigencias de resistencia al frío, en la práctica actual, se pierde de un 20% al 30% del aceite como estearina del aceite de algodón. "Melting and solidification of fats" por Alton E. Bailey. Interscience Publishers, New York. N.Y. published 1.950, pag 343).

100

En el caso del aceite de hígado de bacalao se pierde de del 15% al 30% como estearina en la cristalización -- fraccionada (Winterization) industrial, mientras que la eliminación del 3% al 6% de la estearina produciría un -- aceite que llenaría las exigencias de resistencia al frío U.S.P. para un aceite de hígado de bacalao desestearinizado.

105

El enfriamiento de los aceites por los procedimientos conocidos da por resultado una excesiva oclusión de parte líquida (winterized oil) en las estearinas eliminadas. Además, tal oclusión ha resultado de la producción de -- cristales pobremente formados que espesan el aceite considerablemente, a menudo en forma de gel, y hacen la filtración muy lenta, y con frecuencia imposible para fines comerciales.

110

Cristalizaciones repetidas por técnicas de cristalización fraccionada son muy difíciles de llevar a cabo porque el margen de fusión, después de realizada la primera separación, es más estrecha, y el control aun más difícil de conseguir que antes de la primera cristalización.

115

Para disminuir las pérdidas de aceite aprisionado -- en estearina, la estearina es ulteriormente prensada en frío envolviéndola en telas y sometiéndola a presión -- hidráulica.

120

Aunque por tales procedimientos se obtienen rendimientos adicionales de aceites obtenidos por cristalización fraccionada (winterized), estas operaciones requie

125



300181

130 ren considerable trabajo manual. Sin embargo, aun tal pro-  
ceso es dificil de llevar a cabo porque los cristales en  
la estearina hacen la presión dificil y un gran conteni-  
do de aceite obtenido por cristalización fraccionada (win-  
terized) permanece en la estearina prensada.

El más importante procedimiento de cristalización frac-  
cionada comercial aplicado a ácidos grasos, es el usado en  
la manufactura del llamado ácido estearico y oléico (acei-  
te rojo) del sebo no comestible.

135 En tales procesos los ácidos grasos de sebo fundido -  
son distribuidos en pequeñas bandejas de aluminio. Las --  
bandejas llenas son enfriadas en una habitación fría has-  
ta una temperatura de 40°F a 45°F siendo precisas para --  
la operación de 12 a 20 horas. Luego los ácidos solidifi-  
cados son sacados de las bandejas en forma de tortas que  
140 son prensadas en prensa hidráulica bajo presiones de 150  
a 250 libras por pulgada cuadrada (p.s.i.)

El líquido prensado es ácido oléico comercial y tie-  
ne un título (temperatura de solidificación) de aproxi-  
145 madamente 10°C. Este producto es ulteriormente enfriado  
y filtrado para producir un aceite con una temperatura -  
de solidificación de 0° a 5°C. Las tortas de la opera-  
ción de prensado en frío son fundidas, refundidas a tem-  
peratura ambiente, y prensadas una o más veces en pren-  
150 sad calientes calentadas con vapor. Una prensada calien-  
te rinde el llamado ácido estearico de "prensada sencii-  
lla"; dos prensadas rinden el grado de ácido estearico  
de "doble prensada"; y tres prensadas un grado de ácido  
estearico de "triple prensada" o de grado más alto que  
155 tiene un índice de yodo de 3-4, y un título de 130, 5°  
F, a 131,5° F.

El material líquido de cada prensada, así como los  
bordes blandos de la torta son reciclados al stock de -  
aprovisionamiento original. Se señala que los ácidos re-  
160 ciclados pueden ascender hasta un 40% del material some



300181

165 tido a proceso. La natural relación de los ácidos palmítico y estearico en el sebo no comestible está dentro del margen de buenas propiedades cristalinas de este sistema. En el caso de grasas en las que las proporciones de los ácidos estearico y palmítico son diferentes de las mencionadas anteriormente, resultan cristales pequeños y pobremente formados, que son difíciles, y a veces imposible, de manipular en la manera descrita.

170 En la literatura técnica se discute mucho sobre estos importantes problemas. Algunos trabajadores en este arte creen que la mayor dificultad encontrada en la eliminación de las grasas componentes de la solución grasa ma de era la de una formación de cristales apropiada.

175 Se sabe que las grasas son fácilmente sobre-enfriadas, un fenómeno en que los componentes grasos permanecen en solución, aunque la temperatura está apreciablemente por debajo del punto de solidificación de una grasa componente o grasas componentes. La naturaleza exacta de este sobre enfriamiento no está completamente explicada, aunque se han presentado muchas teorías durante la media centuria pasada para explicar el fenómeno. Se cree generalmente que son necesarios largos períodos de tiempo para que las grasas cristalicen y alcancen las condiciones de "equilibrio". Se sabe que si los núcleos cristalinos están adecuadamente formados, el subsiguiente crecimiento del cristal cuando la temperatura es descendida es más fácilmente conseguido. Las condiciones de cristalización que son beneficiosas para la formación adecuada de los núcleos son, pureza de la solución, previa eliminación de constituyentes amorfos tales como contaminaciones nitrogenadas, agua disuelta y arrastrada, y la adición de promotores de formación de cristales, como por ejemplo, siembra.

185  
190  
195 Se ha encontrado que es marcadamente posible mejorar la separación de los componentes de aceites de bajo pun



300181

200

to de fusión hasta reducir drásticamente las pérdidas de aceite al llevar a cabo las operaciones de cristalización fraccionada (winterization). Y también se ha encontrado que es posible mejorar notablemente el fraccionamiento de aceites, ácidos grasos y sus derivados citados anteriormente por medio de técnicas que se describirán más adelante.

205

Por consiguiente, está entre los principales objetos de esta invención suministrar un proceso nuevo para la cristalización fraccionada (winterization) de aceites en que las pérdidas en aceite obtenido están drásticamente reducidas.

210

Otro propósito de esta invención es suministrar un nuevo proceso para el fraccionamiento de aceites grasos, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, derivados de ácidos grasos, tales como amidas de ácidos grasos, nitrilos de ácidos grasos, en el cual pueden conseguirse netas separaciones de los componentes de una manera relativamente sencilla.

215

Adicionales objetos y ventajas se harán patentes en una descripción del invento más detallada que se expondrá más adelante.

220

En sus principales aspectos los primeros objetivos de esta invención son conseguidos por cuidadoso control de la formación de núcleos, y crecimiento del cristal, seguido por "estabilización" de los cristales formados de manera que los cristales pueden fácilmente ser separados de la masa del aceite.

225

Se ha encontrado que en un aceite o material graso compuesto de una pluralidad de componentes de varios puntos de fusión, los núcleos cristalinos pueden ser formados por enfriamiento lento desde una temperatura de partida que no es superior a 15°F. Por encima de la temperatura a la cual normalmente se considera que los núcleos son formados.

230



300181

235 Este punto se designa como "punto de control de los núcleos" (Tn). El punto de control de los núcleos es averiguado por ensayos relativamente sencillos. El primero o test preliminar está hecho en una muestra de aceite de 4 libras a fin de determinar el punto de nube (cloud point) como se describe en "Testing the Petroleum Products" p. 683 of "Commercial Methods of Analysis" by Foster D. Snell and Frank M. Bitten, published by Mc. Graw-Hill, New York, N.Y. (1.944). Este punto de nube (cloud point) fija el orden de temperatura para la determinación exacta del punto de control de núcleos. El segundo, o test de control requiere que una muestra de aceite de 1 litro sea colocada en un vaso y calentada hasta que se disuelva cualquier cristal que pueda estar presente. La muestra es luego enfriada rápidamente por medio de un baño refrigerante hasta que la temperatura del aceite esté aproximadamente 25°F, por encima del punto de nube (cloud point) encontrado en el primer test. La temperatura es luego disminuida a una velocidad uniforme de 1°F por hora hasta que una nube (o niebla) o núcleos visibles son evidentes. Esta temperatura es considerada como punto de control de núcleos (Tn) y rige la operación de partida en este proceso.

240

255 Comenzando por tanto a una temperatura de no más de Tn más 15°F, el material graso es enfriado a una velocidad bastante uniforme durante un periodo de 18 a 48 horas hasta que Tn sea alcanzado. Por ejemplo, si el material graso tiene un Tn de 50°F el enfriamiento controlado se comienza a temperatura no mayor de 65°F y se continúa a velocidad bastante uniforme durante un periodo de 18 a 48 horas hasta que la temperatura alcanza 50°F. De esta manera, se obtiene una formación de núcleos definida que es usualmente visible por la presencia de partículas distintas.

260

265 Después de conseguida esta formación de núcleos, la temperatura del material graso es gradualmente disminuí

30181



270

da a una velocidad perfectamente uniforme de 5° a 15° F por 24 horas hasta una temperatura designada como punto de cristalización (Tc), y el material graso es luego sometido a una elevación de temperatura con una velocidad de calentamiento relativamente más alto de 15° a 45° F por 24 horas hasta que alcanza una temperatura designada como "punto de elevación de temperatura" (Tr) un punto que se apoya entre Tc y Tn y de ese modo se consiguen cristales "estabilizados". Se usa el término "estabilizar" para identificar las grasas cristalinas así formadas que son relativamente duras, fácilmente filtrables, claramente observables bajo examen microscópico y están particularmente caracterizadas por el hecho de que solamente ocluyen un mínimo de grasa madre. En contraste con los cristales estabilizados, los cristales inestabilizados, son relativamente blandos a la temperatura de filtración, no son claramente observables bajo examen microscópico y ocluyen grandes cantidades de grasa madre.

275

280

285

Después de conseguida la estabilización, la temperatura del material graso puede ser disminuida lentamente a una velocidad de 5° a 15° F, por 24 horas hasta que se alcanza una temperatura situada entre Tc y Tr y es designada como "punto de reenfriado" (Trc). El material es luego filtrado para eliminar los componentes de la grasa cristalizados y obtener la fracción líquida.

290

#### Determinación del punto de cristalización (Tc)

295

Cuando una porción de aceite se enfría gradualmente desde el punto de control de núcleos (Tn) se toman muestras a temperaturas sucesivamente descendiendo y son filtradas en cada caso dando por resultado una fracción sólida y otra líquida. Cuando un filtrado satisface las exigencias del punto de solidificación deseado para un aceite obtenido por cristalización frac-

300

330181

305

cionada (winterized) o un análisis químico de la fracción sólida indica que los componentes deseados han sido satisfactoriamente cristalizados de la grasa madre, la temperatura  $T_c$  a la cual está muestra es tomada, es considerada como el punto de cristalización en el proceso. El actual  $T_c$  usado en el procedimiento puede ser un grado aproximadamente más bajo para asegurar la completa cristalización de los componentes deseados.

310

Determinación del punto de elevación de temperatura ( $T_r$ ) y el punto de reenfriamiento ( $T_{rc}$ )

315

A fin de conseguir una eficiencia máxima en el procedimiento de cristalización, debe averiguarse el  $T_r$  óptimo y el  $T_{rc}$  óptimo. Estos dos puntos de temperatura están relacionados como se demuestra más abajo por el procedimiento de test recomendado, como se muestra en el dibujo que acompaña.

320

En una porción de aceite se hace desarrollar núcleos y crecimiento de cristal y según el procedimiento perfilado previamente hasta que se alcanza  $T_c$ . La temperatura del aceite es luego elevada unos pocos grados hasta una temperatura designada como  $T_r$ . El aceite es luego reenfriado a la velocidad de enfriamiento original y se sacan muestras de aceite a temperaturas sucesivas de

325

descenso. Cada muestra se filtra a la temperatura de la toma de muestras para suministrar una fracción sólida y otra líquida. Cuando una muestra así ensayada, produce un filtrado que presenta las exigencias deseadas de resistencia al frío o un análisis químico de la fracción

330

sólida indica que los componentes deseados han sido cristalizados en el grado deseado, la temperatura a la cual esa muestra fue tomada se designa como punto de reenfriamiento  $T_{rc_1}$  para este particular ciclo, y esta

335

correlacionado con la temperatura  $T_r$ .  $T_{rc_1}$  tiene un valor más alto que  $T_c$ . Otra muestra de aceite es luego elevada desde  $T_c$  a una temperatura  $T_{r_2}$  que es ligera-



300181

340

mente más alta que  $Tr_1$ . El aceite es luego reenfriado y se sacan muestras durante el ciclo de reenfriamiento -- hasta que una muestra rinda un filtrado y una fracción sólida que satisfaga los deseados requerimientos de antes.

345

Este punto de reenfriamiento se designa como  $Trc_2$  y tiene un valor más alto que  $Trc_1$ .

350

El procedimiento descrito para los dos ciclos de -- cristalización completos es continuado produciendo sucesivamente valores ascendentes de  $Tr$  y  $Trc$  hasta que se obtiene un valor de  $Trc$  que es más bajo que el valor obtenido en el ciclo de test inmediatamente precedente. -- Las temperaturas  $Tr$  y  $Trc$  del ciclo de test que precede inmediatamente son luego consideradas como temperaturas

355

óptimas para ser usadas en el procedimiento de cristalización fraccionada (winterization) o proceso de fraccionamiento. Se supone generalmente que las condiciones -- cristalinas óptimas para la filtración descansan en la --

360

formación de cristales relativamente grandes. Mientras -- que esto es cierto en cuanto a velocidad de filtración, los cristales grandes, sin embargo, ocluyen considerable grasa madre y requieren períodos prolongados para -- su crecimiento. Se ha encontrado que los cristales relativamente pequeños filtran muy bien y son más convenientes para la separación de grasas componentes, siempre -- que ellos estén en la forma "estabilizada". Por tanto -- es preferible tamaños de cristales de 0.01 a 0.1 pulgadas aproximadamente. Los cristales pequeños y "estabili-


365

zados" forman cuando se filtran una torta compacta sólida. Esta torta sólida es más fácil de prensar que las -- previamente elaboradas en este arte y puede conseguirse una excelente separación de la grasa madre de una fracción componente.

370

Puesto que la pureza de la solución es un aspecto -- esencial del proceso de cristalización, se ha encontrado

300181



375 que una deshidratación preliminar, si es necesario, y clarificación (por filtración) es de gran ayuda para - llevar a cabo este procedimiento y preferible usar deshidratación al vacío en lugar de sedimentación o centrifugación, pues el agua es eliminada por los últimos métodos solamente a la temperatura de separación. Igualmente se ha encontrado que cualquier agua disuelta o arrastrada interfiere con la formación de cristales. --

380 Después de eliminar el agua, el aceite puede ser fácilmente liberado de sólidos tales como proteínas y materias mucilaginosas mezclando ayudadores de filtración con el aceite deshidratado y filtrando esta mezcla. Las tierras de diatomeas, tales como Hyflow y Celita # 535,

385 son muy eficaces para este fin. Si se desea gran pureza, puede usarse Filtercel aunque las velocidades de filtración pueden ser disminuidas considerablemente.

Un tratamiento de decoloración proporcionará mayor pureza.

390 Al llevar a cabo el procedimiento de este invento, el aceite purificado es bombeado a los tanques en una filtración aislada. El aire en la habitación es enfriado por ventiladores de evaporador convenientes, siendo actuado el sistema refrigerante por Freon u otros refrigerantes apropiados. La temperatura es controlada dentro de 1°F, más o menos si es necesario por un controlador y registrados automático de temperatura-tiempo, cuyo ciclo de temperatura, que puede ser tan largo como una semana o más, está predeterminado por el operador -

395 parando un disco de metal laminado. El aire frío que pasa rápidamente por los tanques elimina el calor del aceite a una velocidad comparativamente lenta y así la temperatura del aceite es controlable dentro de una pequeña fracción de un grado. El ciclo de temperatura incluye -

400 las varias operaciones de enfriamiento y calentamiento antes descritas. Se usan calentadores que pueden ser de tipo eléctrico o de vapor. El promedio de aceite usa

405



10181

do para las operaciones de cristalización fraccionada requiere tres días para su proceso de temperatura. La temperatura del aceite es 5° a 15°F, más alta que su Tn cuando es bombeada a los tanques colocados en la habitación en que han de someterse al proceso. Cuando el ciclo tiempo-temperatura-aceite Tc, Tr, Trc es completo el aceite se descarga en los tanques en la habitación de filtrado que es mantenida a una temperatura igual a la de la temperatura final (Trc) en la habitación de enfriamiento. La descarga se hace preferentemente por gravedad. Se puede usar aire comprimido pero bombeado o cualquier procedimiento que rompa los cristales debe ser evitado. Si el aparato de filtración no está preparado para recibir el lote de aceite con los cristales suspendidos cuando Trc es alcanzado, entonces la temperatura del lote es elevada unos pocos grados (a una velocidad de 15° a 45°F, por 24 horas), y reenfriado (a una velocidad de 5° a 15°F por 24 horas) hasta Trc y luego filtrado. Si después de este ciclo, el aparato de filtración no está todavía disponible, el ciclo se repite, y se vuelve a repetir si es necesario, hasta que el equipo de filtración esté dispuesto. Estos cambios de ciclo de temperatura adicional son importantes porque si el aceite es permitido permanecer a una temperatura fija, especialmente cerca del final del procedimiento cristalización, hay una pérdida de grasa madre más alta que es ocluida o arrastrada por la estearina, así como una disminución en la velocidad de filtración. No es seguro si las pérdidas adicionales debidas a permitir al aceite permanecer a temperatura fija contrastadas con la oscilación de temperatura descrita anteriormente, son debidas a un cambio en la forma de los cristales que ocluye más aceite, pero es importante en cualquier caso mantener este procedimiento bajo cambio continuo de temperatura bajando o subiendo la temperatura.

410

415

420

425

430

435

440



445

Es importante señalar que el delicado control de enfriamiento, transferencia de calor, y operaciones automáticas mejoran considerablemente el proceso de cristalización.

450

Si la cristalización no es apropiada, un paso de recalentamiento puede disolver todos los cristales y por lo tanto no se obtendría ninguna ventaja en este paso. Todos los factores importantes en el arte de la cristalización deberían ser observados para obtener los mejores resultados.

455

Aunque se ha encontrado que el enfriamiento por aire es el más conveniente, y este aire se halla usualmente contenido en una habitación aislada, el enfriamiento puede hacerse también circulando aire a temperatura controlada a través de camisas que rodean los recipientes descritos, como por ejemplo, aire caliente, tibio, frío, dependiendo del ciclo particular de la operación en proceso. Medios de enfriamiento líquidos tales como agua, salmuera o refrigerantes en circulación fríos o calientes pueden ser usados pero puesto que las condiciones de transferencia de calor son mejores en los métodos de circulación de aire, es importante que la diferencia de temperatura entre el medio líquido y el aceite sea descendida para no efectuar un enfriamiento demasiado rápido.

460

465

470

475

El filtro prensa mismo puede ser de diseño de camisa a fin de mantener la temperatura del aceite. Esto es verdad especialmente si la temperatura es demasiado alta para operar convenientemente en una habitación aislada. La instalación de vacío del filtro prensa es preferible a todos los otros métodos de filtrado, ya que del resultado de la natural circulación inducida por las operaciones de enfriamiento descritas, hay cristales formados que son muy satisfactorios sin ninguna agitación adicional de fuentes externas. Sin embargo, si cualquier agitación o mezcla ha de ser incorporado en este procedimiento, es preferible que ello -



10181

480

tenga lugar después que la estabilización ha sido --  
efectuada. Una ligera agitación, a menudo ayudará la  
acción del proceso de recalentamiento, ya que la agi-  
tación (más allá de las corrientes de convección natu-  
rales formadas en el aceite) es perjudicial durante --  
la formación de los núcleos y en el proceso de enfria-  
miento lento en que tiene lugar el ulterior crecimien-  
to de los cristales. A continuación se dan algunos --  
ejemplos que describen la forma de llevar a la prácti-  
ca este invento.

485

490

Ejemplo 1

100 galones de aceite de hígado de bacalao, des-  
pués de haber sido sometidos a proceso de deshidrata-  
ción y filtrado (para fines de purificación) y tenien-  
do un punto de control de núcleos ( $T_n$ ) de  $52^\circ\text{F}$ , es --  
bombeado a tanques de acero colocados en una habita-  
ción aislada. La temperatura del aire frío que circu-  
la en la habitación se controla con un controlador (y  
registrador) de temperatura-tiempo que actúa un equi-  
po de compresores Freon que controla los ventiladores  
del evaporador en la habitación; el mismo equipo ac-  
túa calentadores de ventiladores eléctricos cuando es-  
tos son requeridos para los pasos de recalentamiento.

495

500

La temperatura del aceite es descendida lentamente --  
desde  $65^\circ\text{F}$  a  $52^\circ\text{F}$  (su  $T_n$ ) en aproximadamente un perio-  
do de 24 horas. A esta temperatura se hacen patentes  
núcleos cristalinos claros. El aceite es luego ulte-  
riormente enfriado a una velocidad de  $10^\circ\text{F}$  por 24 --  
horas hasta que la temperatura del aceite alcanza --  
 $37^\circ\text{F}$  ( $T_c$ ). El aceite es luego recalentado a  $43^\circ\text{F}$ . (su  
 $T_r$ ) dentro de un período de 6 horas. El aceite es de  
nuevo enfriado a la velocidad uniforme de  $10^\circ\text{F}$ . por  
24 horas hasta que la temperatura del aceite alcance  
 $40^\circ\text{F}$ . (su  $T_{rc}$ ). El aceite es luego descargado por

505

510



330181

515

gravedad a un filtro prensa discontinuo de placas de vacio colocado en una habitación enfriada por aire - mantenida a la temperatura de filtración de 40°F (Trc). Se usa papel como medio de filtración. Se pasa aire frio a través de la torta aplicando vacio. El filtrado es aceite de higado de bacalao desestearinizado refinado obtenido con un rendimiento del 89% (este aceite sometido a la prueba del frio está claro durante 8 horas) y la estearina es igual al 11%. La estearina es compacta y firme a la temperatura de filtración, y esta estearina es fácilmente eliminada del filtro prensa. La estearina, cuando se refunde, tiene un punto de control de núcleos de 82°F, y es designada como fracción de estearina #1.

520

525

530

535

540

100 galones de esta fracción de estearina #1 que tiene un Tn de 82°F es bombeado a los tanques de enfriamiento antes descritos colocados en la habitación de enfriamiento, y es lentamente enfriado desde 90°F a 82°F (Tn) en 24 horas para formar los núcleos cristalinos; luego ulteriormente enfriado a su Tc de 55°F a una velocidad de 8°F, por 24 horas; recalentado en 6 horas y su Tr de 65°F; y finalmente reenfriado a la velocidad previa de 8°F por 24 horas hasta que alcance su Trc de 60°F. El aceite es luego descargado dentro de la habitación de filtración mantenida a 60°F y filtrado, produciendo una fracción de cera que tiene un Tn de 100°F, aproximadamente y una fracción de aceite # 1 cuyo Tn es 58°F. Los rendimientos de la estearina #1 son: fracción de cera ..... 18%, y fracción de aceite # 1 ..... 82%.

545

La fracción de aceite #1 se somete a proceso por la técnica descrita anteriormente como sigue: comenzando a 65°F es enfriada a 58°F (su Tn) en 24 horas; luego ulterior enfriamiento a una velocidad de 10°F por 24 horas hasta que alcanza su Tc de 40°F; luego reca-



309181

.550

lentado a su Tr. de 47°F en 6 horas aproximadamente; y finalmente reenfriado a su Trc de 43°F. Luego es filtrada, como se describe antes, para producir 20% de una fracción de estearina #2 que tiene un Tn de 75°F, y 80% de una fracción de aceite #2 que tiene un Tn de 41°F.

560

La fracción de aceite #2 se somete a proceso de una manera similar a la de las fracciones de antes en friando desde 48°F, en 24 horas a 41°F (su Tn), y luego es enfriada a una velocidad de 10°F, por 24 horas hasta que alcanza 31°F (su Tc). El aceite es luego ca

565

lentado durante un período de 3 horas a 34°F (su Tr), después de lo cual es reenfriado a 32°F (su Trc), y luego pasado a través de las operaciones de filtrado. De esta manera se obtiene una fracción de estearina #3 (teniendo un Tn de 68°F), con un rendimiento del 20% y una fracción de aceite #3 (teniendo un Tn de 31°F) con un rendimiento del 80%. La fracción de aceite #3 pasa la prueba del frío para aceite de hígado de bacalao desestearinizado de grado medicinal.

570

575

Las fracciones de estearina #2 y #3 son recombinadas y fundidas para formar una estearina fundida que tiene un punto de control de núcleos (Tn) de 73°F. Esta estearina fundida es bombeada a los tanques de enfriamiento antes descritos, y enfriados desde 82°F, a 73°F, en 24 horas hasta que se alcanza una temperatura de 59°F (el Tc de la misma). La temperatura es luego elevada a 63°F (su Tr) en 4 horas, después de lo cual es enfriada lentamente a una velocidad de 10°F por 24 horas hasta alcanzar la temperatura de 60°F (su Trc.)

580

585

El material es luego filtrado obteniéndose una fracción semicera #2 con un rendimiento del 22% y una fracción aceite #4 como filtrado con un rendimien



300181

to del 78%. La fracción aceite # 4 tiene un punto de control de núcleos de 49°F.

590

El total fraccionamiento del aceite de hígado de bacalao como se describe anteriormente produce lo siguiente :

	<u>Tanto por ciento</u>
595 Aceite de hígado de bacalao desestearizado .....	89
Fracción aceite # 3 .....	<u>5,75</u>
Recuperación total de aceite de hígado de bacalao .....	94,75
600 Cera # 1 .....	1
Semicera .....	0,7
Fracción aceite # 4 .....	<u>2,5</u>
Total de fracciones eliminadas ...	5,20

En claro contraste con la separación descrita anteriormente, la cristalización fraccionada (winterization) comercial ordinaria del mismo grado de aceite de hígado de bacalao rinde 75% de un aceite de hígado de bacalao desestearizado que tiene la misma temperatura de solidificación que el 94,75% de aceite recuperado por este procedimiento.

610

Ejemplo 2

5 galones de un aceite rojo de título 13°C (teniendo un Tn de 54°F) se colocan en una vasija de 5 galones. La formación de núcleos es controlada enfriando lentamente el aceite rojo desde 65°F a 54°F. (su Tn) en 24 horas. La temperatura es luego disminuída de manera que el enfriamiento procede a la velocidad de 10°F, por 24 horas hasta alcanzar una temperatura de 32°F (su Tc). La temperatura del aceite es luego elevada a 45°F (su Tr), después de lo cual es disminuída lentamente a la velocidad de 10°F por 24 horas hasta alcanzar 40°F (su Trc). El material es luego filtrado a 40°F, por medio de un filtro de vacío. El

615

620



300181

625 filtrado es aceite rojo de título menos 1°C (rendimiento .... 83%) y la torta es estearina de título - 27°C (rendimiento .... 17%).

630 Por conveniente enfriamiento del aceite rojo anterior hasta unos 40°F y filtración a esa temperatura, el filtrado de aceite rojo tiene el título 4°C - (obtenido con un rendimiento del 60%) y la estearina suma el 40%.

Ejemplo 3

635 Un fraccionamiento de los esteres metilicos de los ácidos grasos del aceite de ricino que fué llevado a cabo por el procedimiento descrito anteriormente. Los esteres con un Tn de 55°F fueron enfriados desde - 65°F a 55°F durante un período de 24 horas, después - de lo cual el enfriamiento fué continuado a una velocidad de 10°F por 24 horas hasta que la temperatura - alcanzó 0°F (su Tc). El aceite fué luego recalentado en unas 8 horas a 10°F (su Tr) después de lo cual fué enfriado a la velocidad de 10°F, por 24 horas, hasta que alcanzó 6°F (su Trc) cuando fué filtrado. Las fracciones obtenidas analizadas como sigue:

	<u>Estearina</u>	<u>Filtrado a 6°F.</u>
645 Índice de refracción ....	1,4630	1,4618
Índice de saponificación.	175,1	179,4
Índice de saponificación de acetilo .....	130,0	312,6
Índice de acetilo .....	178,1	154,0
650 Índice de yodo .....	80,7	86,1

Ejemplo 4

655 Una masa de mantequilla fué fundida y la capa clara superior separada del coagulado. La mantequilla fué deshidratada por el método de vacío y mezclada con el ayudador de filtración (celita # 535) y filtrada. El filtrado, una grasa de mantequilla que tiene un Tn



30181

660 de 82°F fué enfriada lentamente a una velocidad de -  
15°F por 24 horas desde 90°F a 82°F (su T<sub>n</sub>), después  
de lo cual la temperatura se redujo lentamente a 72°F  
(su T<sub>c</sub>). La grasa fué luego recalentada a 75°F, (su -  
Tr), y luego enfriado a 73°F (su Tr<sub>c</sub>). El material --  
fué luego filtrado por la técnica de vacio. Se obtuvo  
una fracción de alto punto de fusión (punto de fusión  
sobre 100°F) con un rendimiento del 40%; y una frac--  
665 ción aceite con un punto de fusión de 60°F con un ren-  
dimiento del 60%. Volviendo a someter a proceso la --  
fracción aceite anterior por el procedimiento descri-  
to anteriormente se obtuvo un aceite de mantequilla  
muy aromático que permaneci6 líquido y claro a 50°F.

670

Ejemplo 5

5 galones de aceite de sorgo conteniendo fosfoli-  
pidos, gomas, y ceras es enfriado desde 60°F. A esta  
temperatura son evidentes algunos núcleos. El enfria-  
miento es conducido a una velocidad de 8°F por 24 ho-  
675 ras hasta alcanzar una temperatura de 30°F. El aceite  
es luego recalentado a 40°F en unas 6 horas, y luego -  
reenfriado a una velocidad de 8° por 24 horas hasta -  
alcanzar una temperatura de 35°F. El aceite es filtra-  
do al vacio a 35°F, y se elimina por filtración un re-  
680 siduo de material gomoso pardo (rendimiento del 2%).

Tambi6n se ha sometido a proceso, por la técnica  
descrita anteriormente, esperma y aceites de cabeza -  
de esperma, aceite de pezuñas, aceite de arenque, y -  
obtenido aceites por cristalización fraccionada (win-  
685 terization) en porcentajes altos.

La separación de los componentes de los materia--  
les antes mencionados puede tambi6n llevarse a cabo --  
aplicando la técnica descrita anteriormente para solu-  
ciones del material en los disolventes usuales para -  
690 esto, por ejemplo alcoholes, cetonas, hidrocarburos,  
etc. excepto que las cantidades de los disolventes usa-



695

700

dos en esta técnica son drásticamente menores que los que están siendo ahora usados en métodos que emplean disolventes, por ejemplo, el proceso Emersol, y otros semejantes, El  $T_{n_1}$ ,  $T_{c_1}$ ,  $T_{r_1}$  y  $T_{rc}$  de tales soluciones son determinados de la misma manera que se describió antes. Se comprenderá que la anterior descripción del invento y los ejemplos expuestos son meramente ilustrativos de sus principios; y por consiguiente las reivindicaciones anexas han de ser interpretadas como definiendo la invención dentro del completo espíritu y alcance de ésta.

#### R E I V I N D I C A C I O N E S

705

710

1ª. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES", caracterizado por un punto de control de núcleos  $T_n$ , que comprende el enfriamiento de dichas mezclas desde una temperatura más alta que  $T_n$  a la temperatura  $T_n$ , siendo dicho enfriamiento llevado a cabo en un mínimo de unas 18 horas y dentro de una caída de temperatura de no más de unos 15°F, enfriando la mezcla a  $T_c$  y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

715

720

2ª. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" que tiene un punto de control de núcleos  $T_n$  que comprende el enfriamiento de dicha mezcla desde una temperatura más alta que  $T_n$  a la temperatura  $T_n$ , siendo llevado a cabo dicho enfriamiento dentro de unas 18 a 48 horas y dentro de una caída de temperatura de no más de unos 15°F, enfriando la mezcla a  $T_c$  y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

725

3ª. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES", que tienen un punto de control de núcleos  $T_n$ , que comprende, el enfriamiento de dicha mezcla hasta alcanzar  $T_n$ , siendo



300181

730

dicho enfriamiento llevado a cabo aproximadamente dentro de un mínimo de 18 horas y dentro de una caída de temperatura de no más de unos 15°F, enfriando dicha mezcla desde  $T_n$  hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$  hasta alcanzar  $T_r$ , y luego enfriando la mezcla hasta alcanzar  $T_{rc}$ , estando el dicho  $T_r$  por debajo de  $T_n$ , y el dicho  $T_{rc}$  por encima de  $T_c$  y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

735

4°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEITES" que tiene un punto de control nuclear  $T_n$  que comprende el enfriamiento lento de dicha mezcla hasta alcanzar  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$  hasta  $T_r$ , y luego enfriando la mezcla hasta alcanzar  $T_{rc}$ , estando dicho  $T_r$  por debajo de  $T_n$  y el dicho  $T_{rc}$  por encima de  $T_c$ , y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

740

745

5°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEITES" que tiene un punto de control de núcleos  $T_n$  que comprende, el enfriamiento de dicha mezcla hasta alcanzar  $T_n$ , siendo llevado a cabo dicho enfriamiento dentro de unas 18 a 48 horas y dentro de un descenso de temperatura de no más de unos 15°F, enfriando la mezcla desde  $T_n$  a una velocidad de 5° a 15°F por 24 horas hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$ , a una velocidad de 15° a 45°F por 24 horas hasta alcanzar  $T_r$ , y luego enfriando la mezcla a una velocidad de 5° a 15°F, por 24 horas hasta alcanzar  $T_{rc}$ , estando el dicho  $T_r$  por debajo de  $T_n$  y el dicho  $T_{rc}$  por encima de  $T_c$  y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

750

755

760

6°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEITES", que tiene un



300181

765

punto de control de núcleos  $T_n$  que comprende, el enfriamiento de dicha mezcla desde una temperatura más alta que  $T_n$ , hasta alcanzar  $T_n$ , siendo dicho enfriamiento llevado a cabo aproximadamente dentro de un mínimo de 18 horas y dentro de un descenso de temperatura de no más de unos  $15^\circ\text{F}$ , enfriando la mezcla desde  $T_n$  hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$  hasta alcanzar  $T_r$ , y separando luego los componentes de la mezcla líquida.

770

7\*. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" que comprende el enfriamiento lento de dicha mezcla hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$  hasta alcanzar  $T_r$ , y separando los componentes de la mezcla líquida.

775

780

8\*. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" que comprende la disolución de dicha mezcla en un disolvente para obtener una solución de los aceites y grasas mezclados, enfriando dicha solución desde una temperatura más alta que su punto de control de núcleos  $T_n$ , hasta alcanzar  $T_n$ , enfriando luego la solución hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la solución desde  $T_c$  hasta alcanzar  $T_r$ , enfriando luego desde  $T_r$  hasta alcanzar  $T_{rc}$  y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

785

790

9\*. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES", en un portador disolvente, que comprende lento enfriamiento de la mezcla hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$  hasta alcanzar  $T_r$ , enfriando luego desde  $T_r$  hasta alcanzar  $T_{rc}$ , y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.



300181

795

10°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" en un portador disolvente, que comprende lento enfriamiento de la mezcla hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla hasta alcanzar  $T_r$ , y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

800

11°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" en un portador disolvente, que comprende enfriamiento lento de la mezcla dicha hasta el punto de control de núcleos  $T_n$  desde una temperatura más alta que  $T_n$ , enfriando la mezcla hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$ , hasta alcanzar  $T_r$ , y separando los componentes de la mezcla líquida.

805

12°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" disueltos en un disolvente conveniente, teniendo dicha solución un punto de control de núcleos  $T_n$ , que comprende enfriamiento de dicha mezcla desde una temperatura más alta que  $T_n$  hasta  $T_n$ , siendo llevado a cabo dicho enfriamiento en un mínimo de unas 18 horas y con un descenso de temperatura de aproximadamente no más de 15°F, enfriando la mezcla desde  $T_n$  hasta alcanzar el punto de cristalización  $T_c$ , calentando la mezcla desde  $T_c$  hasta alcanzar  $T_r$ , enfriando la mezcla hasta alcanzar  $T_{rc}$ , siendo dicho  $T_{rc}$  más alto que  $T_c$  y más bajo que  $T_r$ , y separando los componentes cristalizados de la mezcla líquida.

810

815

820

13°. "PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE GRASAS Y ACEBITES" tal y como se -



3.0181

825

describe en el cuerpo de esta Memoria que consta de -  
veinticinco páginas escritas por una sola cara y un -  
dibujo que la complementa.

Madrid, 23 MAY 1964

/Referencias citadas:

Las siguientes referencias están registradas en  
el archivo de la patente:

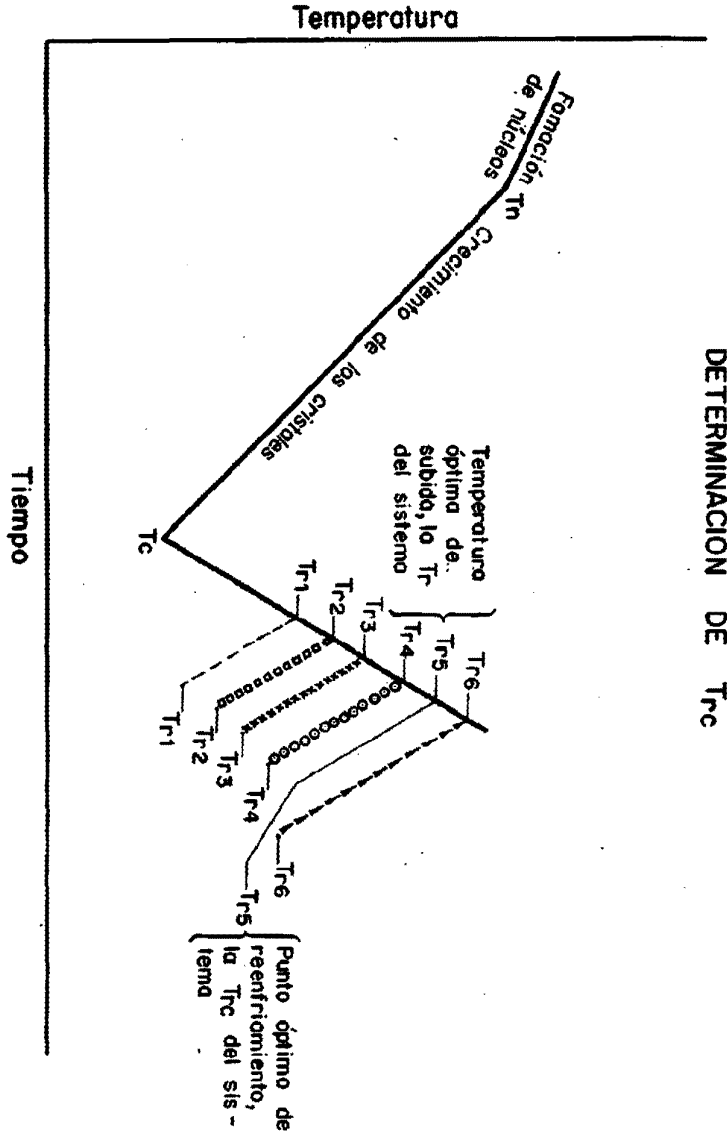
Patentes de Estados Unidos

<u>Número</u>	<u>Nombre</u>	<u>Fecha</u>
2.205.381	Eckey et al .....	Junio 25, 1.940
2.425.001	Parkin et al .....	Agosto 5, 1.947./

300181



300181



DETERMINACION DE T<sub>fc</sub>

23 MAY 1964