

15



324415

324.415/66

324415

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, HOLANDA

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO PARA EL REFINADO ALCA-  
LINO DE UN ACEITE GLICERIDO".

Prioridad: Patente luxemburguesa n.º 48.219 del 18-3-1.965

RK./

324415

15 APR



1                   Se refiere esta invención a la refinación alcalina de los aceites glicéridos contentivos de ácidos grasos libres y otras impurezas. En los aceites glicéridos en --  
cuestión van incluidos aceites glicéridos animales y ---  
5                   vegetales que son normalmente sólidos, así como aquéllos que son normalmente líquidos.

Los aceites glicéridos obtenidos por extracción por disolvente, prensado u otros métodos, de materias primas animales o vegetales, contienen siempre una cantidad  
10                   mayor o menor de ácidos grasos libres. Antes de que estos aceites puedan utilizarse en la preparación de productos alimenticios, como margarina, mantecas de repostería, --  
mayonesa y similares, han de separarse las impurezas. Se ha convertido en práctica habitual el reducir o extraer  
15                   estas impurezas por medio de un tratamiento en el que el aceite se pone en contacto con un álcali acuoso a temperaturas inferiores al punto de ebullición del agua y, generalmente, a la presión atmosférica, y al jabón así formado,  
junto con otros productos de reacción de las impurezas --  
20                   inicialmente presentes se extrae en solución y se descompone a continuación para recuperar del mismo el material graso. Es sabido que durante la neutralización con una solución alcalina, puede tener lugar un efecto combinado de depuración, eliminación de materias gomosas y decoloración  
25                   parcial, debido a que cierto número de sustancias indeseables presentes en el aceite crudo son absorbidas en el jabón. No obstante, en este método, se experimentan aún considerables pérdidas de aceite neutro. Estas pérdidas son acusadas por indeseables reacciones secundarias que se  
30                   producen durante la neutralización. En ocasiones se forman

324415



1 emulsiones de aceite en agua estabilizadas por la solución  
jabonosa. Estas emulsiones pueden ser muy estables, lo que  
tiene como consecuencia que durante la separación de las  
5 dos fases pueda ser arrastrado aceite con la solución --  
jabonosa.

En los procedimientos hasta hoy aplicados, no ha  
sido posible evitar todas las pérdidas de aceite, debido a  
que, por ejemplo, al suprimir una de las causas de las pér-  
didas de aceite, pueden ocurrir otras indeseables reacciones  
10 secundarias, o pueden ser necesarias otras condiciones in-  
deseables para el proceso. Por ende, cuando la solución  
jabonosa ha sido subsiguientemente dividida por hidrólisis  
ácida para recuperar materia grasa, puede hallarse en el  
aceite ácido una considerable cantidad de aceite neutro,  
15 lo que da lugar a una reducción en el rendimiento del acei-  
te neutro. Por lo general, los aceites ácidos contentivos  
de un 30 a un 40 por ciento o más de aceite neutro son aún  
muy usuales. Es posible recuperar aceite neutro de una cali-  
dad buena, a partir de la solución jabonosa, pero ello re-  
20 sulta bastante caro y, por consiguiente, no es satisfacto-  
rio industrialmente.

En la literatura existente, se han propuesto --  
varios métodos para reducir las pérdidas inherentes a la  
refinación alcalina, por ejemplo, el uso de compuestos me-  
25 nos alcalinos, tales como ceniza de sosa y amonio, y el  
uso de centrifugas, que dan tiempos muy cortos de contacto  
entre el aceite y la solución alcalina. Si bien estos mé-  
todos propuestos dan alguna mejora, las pérdidas de aceite  
siguen siendo considerables en especial cuando se refinan  
30 aceites glicéridos que contienen predominantemente ácidos



324415

1 grasos con una longitud de cadena de 16 átomos de carbono o más.

5 En el curso de una extensa investigación realizada con el objeto de hallar un método satisfactorio de neutralizar el aceite, en el que las pérdidas de aceite se reduzcan considerablemente sin necesidad de efectuar el proceso con una indebida complejidad, se ha encontrado que el proceso de neutralización se puede regular casi completamente por lo que sucede en la interfase de la capa de aceite. En esta interfase se producen diferencias locales en la tensión interfacial durante el paso de los aceites grasos del aceite a la fase acuosa. Estas diferencias en la tensión interfacial origina corrientes en la proximidad inmediata de la interfase, que pueden ser tan violentas que 10 la interfase se haga inestable y se desprendan gotitas de aceite espontáneamente, absorbidas por la fase acuosa; esto significa que la emulsificación espontánea tiene lugar en un grado mayor o menor. Investigando el fenómeno, se ha hallado que las gotitas de aceite emulsionado son extremadamente pequeñas, por lo que no se depositan, incluso en 20 un campo gravitatorio muy fuerte. Estas gotitas de aceite se pierden, incluso si no se saponifican por la acción del álcali.

25 Se ha descubierto que las corrientes en la proximidad inmediata de la interfase y la denominada emulsificación espontánea depende de las condiciones del proceso, así como del tipo de aceite utilizado, y es el principal objeto de la presente invención el aportar un procedimiento mejorado de refinado en el que se reducen considerablemente 30 te las pérdidas usuales.

324415

15 AB



1 En la solicitud de patente británica nº 11861/64  
se ha descrito un método de reducción de pérdidas en el  
refinado en el que las soluciones aceitosa y alcalina se  
ponen continuamente en contacto en un lecho de material de  
5 guarnición químicamente inerte, haciendo que cada uno de  
dichos líquidos establezcan contactos fortuitos con el otro  
mientras fluyen a lo largo de trayectos tortuosos a través  
de dicho lecho y separándose subsiguientemente los líqui-  
dos aceitoso y acuoso en virtud de sus diferentes graveda-  
10 des específicas.

De esta manera, la velocidad de las corrientes  
de aceite y alcalina se reduce de manera que la emulsifi-  
cación se minimiza y, como consecuencia, se producen pér-  
didas considerablemente reducidas en la refinación.

15 Se ha hallado ahora que incluso cuando el aceite  
y el líquido acuoso entran en contacto en un espacio libre  
de obstrucciones, que impidieran el movimiento rectilíneo  
de uno u otro líquido, puede efectuarse una considerable  
reducción en la emulsificación y, como consecuencia, una  
20 valiosa disminución en pérdidas durante el refinado, ponien-  
do en contacto ambos líquidos a una temperatura no inferior  
a los 105<sup>o</sup>C, pero no lo suficientemente elevada para llevar  
a una saponificación importante del aceite, bajo una pre-  
sión super-atmosférica, que sea lo bastante alta para im-  
25 pedir la ebullición.

Por consiguiente, el presente invento aporta un  
procedimiento para el refinado alcalino de un aceite gli-  
cérido con un líquido acuoso, mediante puesta en contacto  
de dicho aceite con un álcali acuoso, y extracción en solu-  
30 ción acuosa del jabón formado, caracterizado por el hecho

324415

15



1 de que el aceite y el líquido acuoso entran en contacto a  
una temperatura no inferior a 105°C y no lo suficientemen-  
te alta para producir una saponificación importante del  
5 aceite, bajo una presión superatmosférica suficientemente  
alta para impedir la ebullición, en un espacio libre de  
obstrucciones tales que impidan el movimiento en línea rec-  
ta tanto del aceite como del líquido acuoso.

La temperatura óptima depende fundamentalmente de  
la naturaleza del aceite crudo tratado, especialmente longi-  
10 tud de cadena y proporción de los ácidos grasos libres pre-  
dominantes, y fuerza de la solución alcalina utilizada. En  
general, con aceites en los que los ácidos grasos libres  
predominantes contengan por lo menos 16 átomos de carbono,  
y aceites en los que el contenido de ácidos grasos libres  
15 sea elevado, por ejemplo 8-10 % o más, resultan más venta-  
josas temperaturas relativamente altas, por ejemplo de 130  
ó 140° a 150 ó 160°C, aun cuando incluso a temperaturas  
situadas entre 105 y 130°C, por ejemplo 110 - 120°C, se  
consigue alguna ventaja con tales aceites. Por otra parte,  
20 con aceites en los que predominen ácidos de menor longitud  
de cadena en el ácido graso libre, por ejemplo aceite de  
coco, aceite de palma y otros aceites del grupo ácido láu-  
rico, han dado resultados excelentes las temperaturas de  
105 a 110 ó 120°, incluso cuando el contenido inicial de  
25 ácido graso libre ha llegado a ser de 8 %. No obstante, la  
temperatura no deberá ser más alta de lo necesario para ob-  
tener la deseada reducción en pérdidas durante el refinado  
y, en general, no se ha estimado deseable trabajar a tem-  
peraturas más altas de 160 ó 170°C aproximadamente.

30 La presión ha de establecerse con respecto a la



324415

1 temperatura de manera tal que se evite por completo la ---  
formación de burbujas de vapor. De manera general, ha de -  
evitarse presiones más altas de lo necesario para conseguir  
esta finalidad, especialmente cuando se utiliza un gas i--  
5 nerte para obtener la presión total deseada. A presiones --  
indebidamente altas, el consumo de tal gas tiende a ser -  
prohibitivamente costoso.

El procedimiento objeto de esta invención puede  
llevarse a efecto de diversos modos. Así por ejemplo, pue-  
10 de neutralizarse el aceite en una cámara cilíndrica a pre-  
sión y con agitación, cámara provista de un fondo de forma  
cónica, rociándose el álcali sobre el aceite. O bien, se-  
gún un método descrito más recientemente, puede hacerse -  
ascender el aceite en forma de pequeñas gotas, a través de  
15 un cuerpo estático de álcali acuoso, en una cámara que, de  
acuerdo con la presente invención, se someterá a presión  
y calor adecuadamente.

Otro método ventajoso de llevar a efecto la in-  
vención es el de aplicar a temperaturas y presiones apro-  
20 piadamente elevadas, el método de neutralización descrito  
en la solicitud británica nº 19008/63, en el que se hacen  
fluir el aceite y la solución acuosa en iguales u opuestas  
direcciones a través de una sucesión de zonas de trata--  
miento, por cada una de las cuales fluye el aceite suave-  
25 mente, horizontalmente o hacia arriba en pequeño ángulo,  
sobre la superficie de la solución acuosa, y la transferen-  
cia entre cada una de tales zonas y la siguiente se efectúa  
de manera que cualquiera capa de solución acuosa de jabón  
que se haya formado inmediatamente por debajo de la capa  
30 de aceite, se desplaza, para poner al aceite en contacto



324415

1 directo con una solución alcalina acuosa que contiene me-  
nos jabón y más álcali sin reaccionar que el presente en  
tal capa, evitándose en general una mezcla importante de  
las fases acuosa y aceitosa.

5 El procedimiento objeto de la presente invención  
es también aplicable al refinado alcalino continuo de acei-  
te glicéridos con ayuda de centrífugas. El procedimiento  
objeto de la invención es asimismo aplicable a procedimien-  
tos de refinado distintos de la neutralización, que com-  
10 prenden tratamiento con líquidos alcalinos acuosos y que,  
por ende, tienden a producir pérdidas en el refinado, de-  
bido a la emulsificación. Tales procedimientos incluyen  
la eliminación del mucílago en tales aceites, que todavía  
contienen algunas proporciones del mismo, mediante trata-  
15 miento con líquidos alcalinos acuosos adecuados, tales co-  
mo el silicato sódico.

La efectividad del procedimiento objeto de este  
invento es sorprendente, ya que a temperaturas de reacción  
más elevadas, se acelera la reacción de saponificación,  
20 cuando habrían de esperarse pérdidas en la saponificación,  
debido a la saponificación en la superficie del aceite, pa-  
ra aumentar rápidamente al elevarse la temperatura. Parece,  
pues, que una saponificación directa no contribuye apre-  
ciablemente a pérdidas en el refinado. La mayor parte de las  
25 pérdidas en el refinado parecen ser ocasionadas por la --  
emulsificación y no por la saponificación. Si se produce  
saponificación, será generalmente en forma de saponifica-  
ción indirecta, en la superficie de las partículas de acei-  
te emulsionadas, que sigue a la absorción espontánea de  
30 aceite a través de la interfase en la fase alcalina.

324415

15 ABR 19



1 El procedimiento conforme a la invención es de particular importancia para aplicación a tipos de aceites que, durante la neutralización hayan mostrado tendencia a formar emulsiones, en especial emulsiones espontáneas.

5 La diferencia de comportamiento durante la neutralización de los aceites es especialmente determinada por el tipo de ácido graso libre predominantemente presente en el aceite.

10 Se ha hallado que, en general, las pérdidas en el refinado decrecen con la disminución de la longitud de cadena del ácido graso libre predominante que se halla presente en el aceite. Tiene también influencia la presencia de enlaces químicos no saturados, en los ácidos grasos -- libres. Los aceites que contienen ácidos grasos libres con uno o dos enlaces no saturados, presentan una menor formación de emulsión que los aceites que contienen ácidos grasos libres predominantemente saturados. Con una mayor longitud de cadena de los ácidos grasos libres, las pérdidas debidas a emulsificación espontánea se hacen apreciablemente mayores.

20 En particular, los aceites que contienen ácidos grasos libres con una gran longitud de cadena, aceites que poseen una fuerte tendencia hacia la formación de emulsión durante el refinado, pueden neutralizarse eficazmente cuando la temperatura de neutralización se fija en bastante más de los 25 100°C. Contrariamente a cuanto hubiera podido esperarse, la pérdida durante la neutralización con este tipo de aceite se reduce considerablemente, y ello conduce a una alta calidad del producto final, cuando se neutraliza a altas temperaturas.

30 En general, los diversos aceites pueden agruparse



1 como sigue, con arreglo a su comportamiento durante la --  
neutralización:

Aceites como el aceite de coco, al de palma y al  
de nuez Babassu, que contienen predominantemente ácidos --  
5 grasos libres con una longitud de cadena inferior a 16 --  
átomos de carbono;

Aceites como el de palma, grasas y aceites endu-  
recidos, manteca de cacao, sebo de borneo, manteca de Illipe,  
tocino y sebo, que contienen predominantemente ácidos --  
10 grasos libres con una longitud de cadena de 16 átomos de  
carbono o más, conteniendo una cantidad sustancial de áci-  
dos grasos saturados,

y

Aceites vegetales, como el aceite de semilla de  
15 algodón, aceite de soja, aceite de cacahuete, aceite de  
oliva, aceite de girasol, aceite de alazor, aceite de sésa-  
mo, aceite de linaza, aceite de colza, y aceite de mostaza,  
que contienen predominantemente ácidos grasos de una longi-  
tud de cadena de 16 átomos de carbono y más, conteniendo  
20 enlaces no saturados.

Especialmente los aceites de la segunda así como  
de la tercera clases dan origen a muchas dificultades du-  
rante el refinado, como arriba se indica, debido a la emul-  
sificación espontánea. Es sabido que muchos aceites pueden  
25 considerarse en una posición intermedia, en especial entre  
las dos clases de aceites mencionadas en último lugar.

La presión superatmosférica puede deberse simple-  
mente a la presión del vapor del líquido acuoso o puede ser  
conferida por un gas inerte como el nitrógeno, de modo que  
30 la presión total se halla muy por encima de la presión del

324415

15



1 vapor saturado del agua, a la presión de tratamiento. La  
presión total, suma de la presión de vapor y de la presión  
del gas inerte se halla por lo general comprendida entre 1  
y 10 atmósferas, especialmente 3 - 5 atmósferas, según sea  
5 la temperatura del proceso.

El uso de soluciones alcalinas más concentradas,  
por ejemplo superiores a 0,3N, es de importancia, particu-  
larmente dado el grado de calor necesario, más pequeño pa-  
ra el caldeo de la solución alcalina acuosa. Se ha observa-  
10 do que cuando se intensifica la concentración de álcali de,  
por ejemplo 0,1N a 0,4N, se requiere un aumento de tempera-  
tura de aproximadamente 20°C por encima de las temperaturas  
que se utilizan regularmente en el refinado con una solu-  
ción alcalina de 0,1N, para reducir las pérdidas en el re-  
15 finado al nivel de la sosa cáustica más diluída. Por con-  
siguiente, cuando se opera a una temperatura relativamente  
elevada, se obtiene una pérdida baja en el refinado con  
respecto a álcalis más diluídos, y se alcanza una economía  
en calor acusadamente más elevada.

20 En el procedimiento según se plantea, puede utili-  
zarse carbonato sódico acuoso. Esta clase de reactivo alcali-  
no, sin embargo, da lugar generalmente a una fuerte emul-  
sificación espontánea. Esta emulsión más fuerte de carbonato  
en la proporción respecto al hidróxido sódico puede con-  
25 trarrestarse por un aumento de la temperatura durante el  
refinado, con respecto a la temperatura aplicada cuando se  
usa hidróxido de sodio. Generalmente, son adecuadas las  
soluciones de carbonato sódico de 0,05 a 2,0 de grado molar.

30 Si la reacción se lleva a efecto utilizando una  
temperatura aproximadamente 25°C más alta que la usual --

324415



1966

1       utilizando hidróxido sódico, el efecto perjudicial del carbonato sódico puede vencerse completamente y se obtienen - las mismas bajas pérdidas en el refinado que utilizando hidróxido sódico.

5               Es sabido que el refinado de los aceites glicéridos que contienen una proporción relativamente alta de ácidos grasos libres, por ejemplo de 1 a 5% y superior, halla con frecuencia muchas dificultades. Tales tipos de aceites dan lugar a una fuerte emulsificación espontánea, ocasionando pérdidas de aceites relativamente elevadas. El procedimiento objeto del invento es efectivo para esta clase de aceite en el hecho de que cuando se lleva a efecto la -- operación de refinado a temperaturas marcadamente superiores a 100°C, las pérdidas en el refinado se reducen fuertemente y son comparables a las que se obtienen cuando se refinan aceites de igual clase que tengan un contenido muy inferior de ácido graso libre. En general, la temperatura durante el refinado de los aceites con un contenido de ácido graso libre marcadamente superior a un 1 % ha de ser de aproximadamente 25°C más alta para obtener pérdidas más bajas en el refinado de las que se obtienen con aceites glicéridos que tengan un contenido de ácido graso libre inferior al 1 %.

15               Cuando han de tratarse aceites contentivos de cantidades relativamente altas de ácidos grasos libres, resulta conveniente reducir el contenido inicial de ácidos grasos libres mezclando el aceite crudo antes de la neutralización con un aceite, preferentemente de la misma -- clase, que contenga una cantidad relativamente baja de --

20

25

30       ácidos grasos libres. Tal aceite puede ser incluso un --

324415

15 APR



1        aceite que ya haya sido sometido a refinado alcalino, ya  
que, sorprendentemente, las pérdidas dinales de refinado  
son sensiblemente inferiores que la suma de pérdidas en el  
refinado cuando se tratan ambos aceites por separado.

5                Al llevar a cabo el procedimiento de refinado en  
forma continua, resulta ventajoso realimentar continuamen-  
te una proporción del aceite refinado, después de haber  
sido separado el mismo de la solución jabonosa, en la --  
corriente de aceite crudo que entra en el espacio en el  
10        que se efectúa el refinado. Esta proporción depende de la  
clase de aceite crudo a tratar de la cantidad y del tipo  
de los ácidos grasos libres presentes en el aceite crudo,  
así como de las demás condiciones del proceso, como la con  
centración alcalina y, como ya se ha expuesto, la deter-  
15        minación de la temperatura conforme a la invención.

Se obtienen buenos resultados cuando la propor-  
ción es tal que el contenido de ácidos grasos libres del  
aceite que entra en contacto con la solución alcalina --  
acuosa se reduce en tal extensión que el contenido jabono-  
20        so del aceite refinado no sobrepasa a aproximadamente 0,1 %  
en peso.

La clase de ácido graso libre presente en el  
aceite crudo depende en alto grado de la estructura glicé-  
rida del aceite, ya que estos ácidos grasos son, en gran  
25        proporción, productos de degradación de los triglicéridos  
presentes en el aceite. Como queda indicado más arriba,  
los ácidos grasos del aceite pueden en general diferenciar-  
se en ácidos contentivos de larga cadena carbónica y áci-  
dos contentivos de una cadena carbónica relativamente --  
30        corta.

324415

15



1 Las pérdidas relativamente altas en el refinado  
de aceites glicéridos que contengan ácidos grasos libres  
de larga cadena pueden reducirse con eficacia al nivel de,  
por ejemplo, el aceite de coco, si se establece una tem-  
5 peratura en el proceso de refinado que sea de aproximada-  
mente 40°C superior a la utilizada normalmente. Los ácidos  
grasos libres de cadena larga dan lugar a más altas pér-  
didas en el refinado cuando se usan concentraciones más  
altas de álcalis que los ácidos grasos libres de cadena  
10 corta, de modo que el uso de soluciones alcalinas más acu-  
sadas lleva consigo un mayor aumento de temperatura para  
contrarrestar los efectos perjudiciales. En estos casos,  
será necesario que la mayor temperatura permisible sea de  
160 a 170°C, temperatura esta última a la cual el grado de  
15 la reacción de hidrólisis se hace suficientemente fuerte  
y compite con la pérdida reducida debido a evitarse la  
emulsificación espontánea. Si se refina sebo, contentivo  
de un 5 % de ácidos grasos libres compuestos por aproxima-  
damente 50 % de ácidos grasos saturados C<sub>16</sub> a C<sub>18</sub>, y 50 %  
20 de ácidos grasos no saturados C<sub>18</sub>, en una cámara, con agi-  
tación, a 90°C, la pérdida de aceite asciende a 1 kg. de  
aceite por kg de ácido graso extraído. A una temperatura  
de 140°C, sin embargo, bajo las mismas condiciones de re-  
acción, la pérdida de aceite asciende a 0,4 kg de aceite  
25 por kg de ácido graso extraído.

En la neutralización, pueden aplicarse sales  
sódicas, neutras, especialmente cloruro de sodio , por  
ejemplo en una cantidad de 0,3 a 3 %, y especialmente de 0,5  
a 2 %, disueltas en la solución alcalina, para promover la  
30 separación de la fase de aceite y la solución de jabón.

324415

15



1 No obstante, se observó que la sal promueve también la  
emulsificación espontánea y el aceite así emulsionado no  
puede ya separarse de la sal, ya que la influencia de la  
5 sal no se extiende al aceite espontáneamente emulsionado,  
que se pierde. El efecto perjudicial de la sal a este --  
respecto puede reducirse mediante una temperatura más ele-  
vada de neutralización, para reducir la emulsificación  
espontánea. Así la ventaja de la sal en la separación del  
10 aceite y de la fase acuosa se mantiene aún sin que se pro-  
duzca el efecto perturbador de un aumento de la emulsifi-  
cación espontánea. Si, por ejemplo, se trata aceite de  
alazor contentivo de un 3 % de ácidos grasos libres, con  
una solución alcalina de 0,1N a 60°C, el factor de refina-  
do es de 1,15. Si bajo iguales condiciones se trata aceite  
15 de alazor con lejía 0,1N que contenga 2 % de sal, a una  
temperatura superior a los 100°C, la pérdida en el refina-  
do será del mismo nivel.

El procedimiento objeto de esta invención es es-  
pecialmente aplicable a aceites tales como el aceite de  
20 sojá, el aceite de colza, el aceite de semilla de algodón,  
el aceite de linaza y el aceite de cacahuete, que suelen  
contener una proporción relativamente alta de mucílago.  
Este mucílago se extrae normalmente mediante una operación  
de limpieza, por ejemplo tratando el aceite crudo con agua  
25 caliente para hidratar los fosfátidos y precipitarlos. No  
obstante, este tratamiento no extrae todos los fosfátidos,  
y así por ejemplo en el caso del aceite de soja, un 0,3 %  
aproximadamente en peso del fosfátido se halla presente, por  
lo común. Durante la neutralización, se extrae la mayor  
30 parte del mucílago restante, pero por lo general, subsiste

324415 15 1931



1 la suficiente cantidad de mucílago en el aceite para que sea necesaria un posterior desmucilagado, si es que se desean aceites muy puros.

5 Una ventaja del presente invento es la de que puede evitarse una posterior fase de desmucilagado si se mezcla el aceite contentivo de mucílago con un ácido -- acuoso, preferentemente ácido clorhídrico de 1 a 5 N en una cantidad de 1 a 5 % del peso del aceite, y esta mezcla, sin extracción del ácido, es sometida a neutralización mediante el contacto de la mezcla con un agente alcalino bajo las condiciones que caracterizan el proceso de la presente invención. Cuando se aplica este tratamiento previo por ácido, es particularmente deseable efectuar la subsiguiente neutralización conforme a la presente invención en un espacio totalmente libre de obstrucciones.

15 Ilustraremos a continuación la invención con los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

20 Para ilustrar la reducción en las pérdidas durante el refinado que se obtienen manteniendo las temperaturas de refinado marcadamente por encima de los 100°C, se trató un sebo que poseía un contenido de ácido graso libre de 4,9 %, a una temperatura de 90°C, y a continuación se trató otro volumen del mismo aceite, a 130°C.

25 A una temperatura de 90°C se desacidificó sebo crudo (contenido de ácido graso libre: 4,9 %) en una -- cámara cilíndrica con agitación, provista de un fondo -- cónico, con una solución alcalina de 0,8N en un exceso de 10 % sobre la cantidad teórica requerida. El aceite fue  
30 tratado a continuación con un 15 por ciento en volumen de

324415

15



1 solución de lejía diluída de 0,2N, seguido de 3 tratamien-  
tos de lavado con agua en una proporción de 10 % basada en  
la cantidad de aceite. Los resultados fueron:

5 contenido final de ácido graso libre: 0,1 %  
contenido final de jabón: 0,15 %, y  
factor de neutralización: 1,8, que corresponde  
a una pérdida de aceite neutro de 0,8 kg por  
kg de ácido graso extraído.

10 Se trató después una cantidad similar de sebo,  
en el mismo aparato, a una temperatura de 130°C y una pre-  
sión de 4 atmósferas (nitrógeno junto con vapor de agua).

15 Después de la neutralización, se obtuvieron un  
contenido final de ácido graso libre de 0,07 %, un factor  
de neutralización de 1,4, correspondiente a una pérdida de  
aceite de 0,4 kg por kg de ácido graso extraído, y un con-  
tenido de jabón de 0,1 %, con lo que no fue necesario nin-  
gún otro tratamiento de lavado. Por el descenso del factor  
de neutralización, puede verse que la pérdida de aceite  
neutro descendió en 50 %.

20 Ejemplo 2

Una cantidad de 16 kg de aceite crudo de alazor  
fue neutralizada en el mismo aparato que se utilizó en el  
Ejemplo 1 a una temperatura de 90°C con una solución alcal-  
lina de 0,8N. Después se precisó un post-tratamiento con  
25 una solución de lejía 0,2N seguido de 3 lavados con agua  
para extraer el jabón que se formó por neutralización.

El factor de neutralización fue 1,6, con lo que  
se perdió 0,6 kg de aceite neutro por cada kg de aceite  
graso extraído.

30 Cuando se trataron en el mismo equipo otros 16 kg

324415

15

ACB



1 con la misma solución alcalina, a una temperatura de 125°C  
y una presión de 4 atmósferas, no fue necesario ningún tra-  
tamiento de lavado con agua para extraer el jabón.

5 El contenido final de ácido graso libre en este  
caso fue de 0,05 %, el contenido de jabón de 0,05 % y el  
factor de neutralización de 1,2, correspondiendo a una  
pérdida de aceite de 0,2 kg por kg de ácido graso extraído,  
es decir, que la pérdida de aceite neutro disminuyó de  
0,6 kg por kg de ácidos grasos extraídos, a 0,2 kg.

10

Ejemplo 3

15 Cuando se comparan las pérdidas por neutraliza-  
ción al utilizar una ceniza de sosa y una solución de --  
lejía respectivamente, puede comprobarse que a la misma  
temperatura y bajo las mismas condiciones, el tratamiento  
con lejía da por resultado pérdidas considerablemente in-  
feriores en el refinado, que con el tratamiento por ceniza  
de sosa. Utilizando una temperatura más alta en el trata-  
miento con ceniza de sosa, pueden obtenerse resultados  
completamente comparables. Un sebo que presentaba un con-  
tenido de ácido graso libre de 4,5 % fue neutralizado en  
una columna provista de placas-guía dispuestas en zigzag,  
según descrito en nuestra solicitud británica nº 19.008/63.

20

25

El aparato se componía de 36 placas-guía monta-  
das en zigzag, de una longitud de 18 cm y un ancho de 5 cm  
colocadas en pendiente de 5°, en un alojamiento de una --  
longitud de 18 cm, un ancho de 5 cm y una altura de 100 cm.  
En cada placa se montó un tubo, en un orificio de 0,9 cm  
de diámetro en el centro de cada placa, a una distancia de  
1 cm del extremo de la placa. El tubo estaba destinado a  
30 hacer ascender la solución alcalina a través de la capa de

324415

15 A



1 aceite hasta la placa colocada debajo. En este aparato se  
neutralizó un volumen de sebo que tenía un contenido de  
ácido graso libre de 4,5 %, a 110°C con una solución alcalina  
0,1N, con un exceso del 25 % de la cantidad teórica  
5 requerida, y no se precisaron en absoluto tratamientos de  
lavado. Los resultados fueron: contenido de jabón: 0,02 %,  
contenido final de ácido graso libre: 0,3 %, factor de neu-  
tralización: 1,05. Con una solución de ceniza de sosa de  
grado molar 0,1, se obtuvieron un contenido de jabón de 0,1  
10 %, un contenido final de ácido graso libre de 0,6 % y un  
factor de neutralización de 1,3, bajo idénticas condiciones.

No obstante, cuando se llevó a efecto el trata-  
miento con ceniza de sosa a una temperatura de 140°C, se  
obtuvieron un contenido final de ácido graso libre de 0,4 %  
15 y un factor de neutralización de 1,05.

#### Ejemplo 4

La influencia perjudicial de una alta concentra-  
ción de sosa cáustica en la neutralización puede compensar-  
se elevando la temperatura durante la neutralización. Esto  
20 puede demostrarse por la neutralización del sebo a 95°C,  
de un contenido de ácido graso libre de 4,5 %, con una solu-  
ción de sosa cáustica 0,1N (25 % en exceso de la cantidad  
teórica necesaria) en el mismo aparato descrito en el Ejem-  
plo 3, y por comparación de este resultado con un trata-  
25 miento similar pero utilizando una solución de sosa cáus-  
tica más fuerte.

El factor de neutralización fue de 1,10 y cuando  
se neutralizó bajo las mismas condiciones con una solu-  
ción de sosa cáustica 0,4N, se obtuvo un factor de neutra-  
30 lización de 1,45. Se requirió una temperatura de 140°C en

324415

15



1 la neutralización del sebo con solución de sosa cáustica  
0,4N para obtener un factor de neutralización igual al co-  
rrespondiente a la utilización de solución de sosa cáustica  
0,1N.

5 Ejemplo 5

Se neutralizaron tres tandas de sebo utilizando  
una solución de sosa caustica 0,1N contentiva de 1% de  
cloruro sódico en el aparato conforme al Ejemplo 3, poseyen  
do la primera un contenido de ácido graso libre de 1 %, y  
10 las dos últimas un contenido de ácido graso libre de 5,0 %.  
Las pruebas efectuadas con el sebo con bajo y con alto con-  
tenido de ácido graso libre, mostraron que el factor de  
neutralización en el último caso era considerablemente más  
alto. Al neutralizar el sebo con un alto contenido de áci-  
do graso libre, bajo iguales condiciones, excepto que la  
15 temperatura durante la neutralización fue de 20°C más alta,  
se obtuvo un factor de neutralización igual al que se ob-  
tuvo al neutralizar un sebo con bajo contenido de ácido  
graso libre.

20 Los resultados fueron los siguientes:

<u>Temperatura</u>	<u>Contenido de ácido graso libre</u>	<u>Factor de neutralización</u>
95°	1,0 %	1,35
95°	5,0 %	1,6
25 115°	5,0 %	1,35

Ejemplo 6

La influencia de la presencia de sal en la neu-  
tralización del sebo (contenido de ácido graso libre 5 %)  
puede demostrarse por medio de 3 pruebas llevadas a efecto  
en el aparato descrito en el Ejemplo 3.

30

324415

15



1 De los resultados registrados puede deducirse  
 que la presencia de sal aumentó considerablemente la pér-  
 dida en la neutralización cuando se trató el sebo a una  
 temperatura de 95° C. Cuando se llevó a efecto el trata-  
 5 miento a una temperatura de 130°C desapareció el efecto  
 desfavorable de la adición de sal.

Los resultados fueron los siguientes:

	<u>Temperatura</u>	<u>Alcali</u>	<u>Factor de neutralización</u>
	95°	0,1N	1,2
10	95°	0,1N con 1% de sal	1,6
	130°	0,1N con 1% de sal	1,2

Ejemplo 7

15 Para obtener los mismos resultados para la neu-  
 tralización de alazor y de sebo que los que fueron obteni-  
 dos bajo condiciones similares en la neutralización de  
 aceite de coco, hubo de establecerse la temperatura del  
 tratamiento de neutralización sustancialmente más alta. El  
 aparato utilizado fué el mismo que se ha descrito en el  
 Ejemplo 3.

20 Los resultados de los ensayos fueron los siguien-  
 tes:

	<u>Aceite</u>	<u>Temperatura</u>	<u>Conten. ácido graso libre en g. equiv./kg.</u>	<u>Alcali</u>	<u>Factor de neu- tralización</u>
	coco	95°C	0,17	0,1N con 1% sal	1,1
25	sebo	"	"	"	1,6
	alazor	"	"	"	1,25
	sebo	140°C	"	"	1,1
	alazor	120°C	"	"	1,1

Ejemplo 8

30 Este Ejemplo ilustra la neutralización llevada a

324415

15



1       cabo conforme a la invención en un espacio de total des-  
obstrucción. En una columna de acero inoxidable, de una  
altura de 160 cm. y un diámetro de 10 cm., y con fondo  
cónico, se neutralizó un sebo. Se cerró la columna a la  
5       atmósfera y se efectuó la neutralización bajo una presión  
de unas 5 atm., componiéndose la atmósfera de nitrógeno  
saturado con vapor de agua. El aceite y la solución alcalina  
fluyeron a contra corriente, introduciéndose el aceite  
por el fondo y fluyendo hacia arriba desde numerosas pe-  
10       queñas aberturas, para formar la fase dispersada, y flu-  
yendo la solución alcalina hacia abajo. La solución jabo-  
nosa formada fue retirada continuamente desde el fondo,  
bajo la admisión del aceite. La solución alcalina presenta-  
ba una concentración de 0,3N y estaba presente en más de  
15       un 25 %. La temperatura durante la neutralización se man-  
tuvo a 140°C. La cantidad de aceite utilizado fue de 4  
ton/m<sup>2</sup>/h. El contenido inicial de ácido graso libre fue de  
5,62%. El aceite neutralizado tenía un contenido de ácido  
graso libre de 0,15 %, y un contenido de jabón de 0,08 %.  
20       El factor de neutralización se estimó en 1,16.

En resumen, la Patente de Invención que se solli-  
cita recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

25       1. Procedimiento para el refinado alcalino de un  
aceite glicérido con un líquido acuoso mediante puesta en  
contacto de dicho aceite con un álcali acuoso y extracción  
en solución acuosa del jabón formado, caracterizado por el  
hecho de que el aceite y el líquido acuoso entran en con-  
tacto a una temperatura no inferior a 105°C y no suficien-  
30       temente alta para conducir a una saponificación importante

324415



1 del aceite, bajo una presión superatmosférica que es sufi-  
cientemente elevada para impedir la ebullición, en un es-  
pacio libre de obstrucciones que pudieran impedir el movi-  
5 miento en línea recta tanto del aceite como del líquido  
acuoso.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en  
el que el aceite y el líquido acuoso son puestos continua-  
mente en contacto en un espacio carente por completo de  
obstrucciones.

10 3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el  
que el aceite fluye hacia arriba y el líquido acuoso fluye  
hacia abajo a través de dicho espacio.

15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en  
el que el aceite y la solución acuosa son obligados a fluir  
en direcciones iguales u opuestas a través de una sucesión  
de zonas de tratamiento en cada una de las cuales el acei-  
te fluye suavemente, horizontalmente o hacia arriba, for-  
mando un ángulo pequeño, sobre la superficie de la solu-  
ción acuosa, realizándose la transferencia entre cada una  
20 de tales zonas y la siguiente de modo tal que cualquier  
capa de solución acuosa de jabón que se haya formado in-  
mediatamente por debajo de la capa de aceite, se desplace  
para poner el aceite en contacto directo con la solución  
alcalina acuosa contentiva de menos jabón y más álcali no  
25 reaccionado que el presente en tal capa, evitándose en  
general toda mezcla sustancial de las fases acuosas y acei-  
tosa.

30 5. Procedimiento según la reivindicación 4, en  
el que las corrientes de aceite y acuosa fluyen en la mis-  
ma dirección.

324415

15



1                   6. Procedimiento según cualquiera de las reivin-  
dicaciones 1 a 5, en el que parte del aceite refinado es  
continualmente realimentado en la corriente de aceite crudo  
que entra en el espacio en el que se efectúa el refinado,  
5                   siendo tal la proporción de realimentación que reduzca el  
contenido de ácido graso libre en el aceite que entra en  
contacto con la solución acuosa, en tal grado que el con-  
tenido de jabón del aceite refinado no es superior a 0,1 %  
en peso.

10                   7. Procedimiento según la reivindicación 1, en  
el que se neutraliza el aceite con el líquido alcalino  
acuoso estableciendo el contacto entre ambos, al tiempo  
que se agitan y extrayéndose el jabón formado mediante  
decantación o centrifugado.

15                   8. Procedimiento según cualquiera de las rei-  
vindicaciones 1 a 7, en el que el líquido acuoso es una  
solución acuosa de sosa caustica de normalidad 0,05-2,0.

                  9. Procedimiento según cualquiera de las rei-  
vindicaciones 1 a 7, en el que el líquido acuoso es una  
20                   solución de carbonato sódico de un grado molar 0,05-2.

                  10. Procedimiento según cualquiera de las rei-  
vindicaciones 1 a 9, en el que la solución alcalina con-  
tiene 0,3-3 % de su peso de una sal sódica neutra.

25                   11. Procedimiento según la reivindicación 10,  
en el que la sal es cloruro sódico.

                  12. Se reivindica por último como objeto sobre  
el que ha de recaer la Patente de Invención que se soli-  
cita: "PROCEDIMIENTO PARA EL REFINADO ALCALINO DE UN  
ACEITE GLICERIDO".

30



324415

15 APR

1

Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veinticinco páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 18 de marzo 1.966

BERNARDO UNGRIA

P.P.

fdo. (Juan Pedraza)

10

15

20

25

30