



420269

420269

F.O. 15-9-75

Int. Cl.ª: C07F//C11B

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un ..

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: A. E. STALEY MANUFACTURING COMPANY.

RESIDENCIA: DECATURE, Illinois, Estados Unidos.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN ROSFATIDO".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 313.017 del 7-12-72

420269



1 Esta invención se refiere a un procedimiento de pre-
paración de fosfátidos con propiedades mejoradas de emulsifi-
cación.

5 En el refinado de aceites vegetales crudos, es práctica
habitual separar los fosfátidos (frecuentemente denominados
lecitina) del aceite. Este proceso se conoce comúnmente por
"desgomado".

10 Se han propuesto y utilizado comercialmente numerosos
medios para desgomar los aceites vegetales crudos. El proceso
de desgomado más común supone la hidratación inicial de la
lecitina del aceite crudo, con lo cual la lecitina hidratada
se vuelve insoluble en el aceite y migra hacia la fase acuosa.
Los aceites resultantes prácticamente exentos de lecitina y
la fase acuosa que contiene la lecitina (frecuentemente deno-
minada goma húmeda) se separan después uno de otro.

15 La incapacidad de conseguir un aceite cuya emulsión no se
rompa es un importante inconveniente con la mayoría de los proce-
sos de desgomado acuoso. Un procedimiento adaptado para obte-
ner un aceite libre de romperse es el descrito en la paten-
te estadounidense nº 2.782.216. En lugar de refinar el aceite
20 crudo con un álcali, en este procedimiento de desgomado se
trata el aceite crudo con agua y una pequeña cantidad de un
anhídrido de ácido antes de separar la goma húmeda del mismo.

25 Independientemente del procedimiento de refinado del
aceite crudo, es habitual obtener una lecitina fluída como
producto del aceite, separando prácticamente la totalidad del
agua de la goma húmeda. Aunque las gommas húmedas secadas por
sí mismas han sido empleadas ampliamente como emulgentes, se
consiguen propiedades de emulsificación mejoradas tratando la
30 goma húmeda o el producto de lecitina seco con reactivos quí-

420269



1 micos. En general, estos procesos implican el tratamiento de
la lecitina con una base y/o un ácido. En la patente estado-
unidense n° 3.301.831, se hace reaccionar químicamente una
5 goma húmeda con un anhídrido de ácido carboxílico, después
el producto de la reacción se mezcla con una base y se seca.
En la patente estadounidense n° 3.499.017, se trata una emul-
sión de fosfátido de soja natural, sin blanquear, con base
suficiente para reducir su índice de acidez a cero. Cuando
se pone en práctica la patente estadounidense n° 3.499.017,
10 se produce una importante hidrólisis ya que alrededor de la
mitad a los dos tercios del material fosfátido se convierte
en liso-derivados. Practicando la patente 3.499.017, la leci-
tina hidrolizada producida se hace reaccionar después con un
anhídrido orgánico y se seca. En otra patente, la estadouni-
15 dense n° 3.576.831, se describe un procedimiento para tratar
una emulsión acuosa de fosfátido con un ácido mineral, segui-
do de neutralización del mismo con una base y secado de la
emulsión. Todavía en otra patente (estadounidense n° 3.259.201)
20 la lecitina o goma húmeda se trata con anhídrido acético, se
neutraliza con una base y se seca.

La secuencia de las etapas del proceso, el momento en
el que se agregan los reactivos químicos, la cantidad de reac-
tivos utilizada, la temperatura y el periodo de tratamiento,
así como otras variables del proceso, ejercen un pronunciado
25 efecto sobre el producto final. En general, los procedimientos
de la técnica anterior o bien requieren recuperar y tratar la
lecitina desgomada producida con un ácido, seguido de neutra-
lización con una base y/o reacción con ella y secar el pro-
ducto modificado resultante o bien seguir un orden inverso de
30 operaciones en el cual la lecitina se trata primero con una

420269



1 base y después con un ácido. Habitualmente se aducen razones de fluidez como motivo fundamental para añadir una base a una lecitina tratada con un ácido.

5 Un objeto de esta invención es simplificar las condiciones globales del proceso y las necesidades de equipo para la producción de productos de lecitina que presentan propiedades mejoradas y proporcionar un procedimiento mediante el cual puede obtenerse directa y continuamente, a partir de una goma húmeda, un producto de lecitina de gran calidad.

10 Otro objeto es reducir considerablemente el periodo de tiempo que se tarda en convertir un producto de lecitina obtenido mediante un proceso de desgomado de un aceite vegetal crudo en un producto de lecitina fluída de gran calidad.

15 En consecuencia, esta invención proporciona un procedimiento para la preparación de un fosfátido que presenta propiedades mejoradas de emulsificación a partir de un aceite crudo vegetal que contiene fosfátidos, cuyo método comprende las operaciones de:

- 20 (a) tratar un aceite vegetal conteniendo fosfátidos con agua y una pequeña cantidad de un anhídrido orgánico,
- (b) separar la fase oleosa de la fase acuosa para formar una goma húmeda que comprende agua y el producto de la reacción del fosfátido con el anhídrido orgánico,
- 25 (c) mezclar con la goma húmeda separada una base metálica alcalino-térrea o una base metálica alcalina,
- (d) secar la mezcla de goma húmeda y base a una temperatura de 140°F (60°C) como mínimo hasta un contenido en humedad inferior al 1 % en peso, siendo la cantidad de base mezclada con la goma húmeda, la temperatura y el periodo de
- 30 tratamiento a temperaturas superiores a 140°F (60°C) su-

420269



1 ficientes para formar un producto de fosfátido seco que
 tenga un índice de acidez comprendido entre 10 y 25.

5 Aunque el procedimiento es aplicable en general a los
 fosfátidos cuyo origen son las semillas leguminosas, es espe-
 cialmente adecuado para los obtenidos por extracción del acei-
 te de soja con un disolvente hidrocarbonado como el hexano.
 Un procedimiento adecuado para preparar el substrato de goma
 húmeda utilizado aquí es el descrito en la patente estadouni-
10 dense nº 2.782.216. En esta patente, se mezcla una pequeña
 cantidad de un anhídrido de ácido (v.g. de 0,05 a 1 % y pre-
 feriblemente de 0,08 a 0,2 % en peso) y agua con el aceite
 crudo antes de desgomar. La operación de mezcla de la base
 puede realizarse en cualquier momento después de haberse pro-
15 ducido la separación de fases o separación de la fase acuosa
 del aceite. Esta separación permite mezclar la base al mismo
 tiempo que se mantiene la fase oleosa esencialmente exenta de
 base añadida. Alternativamente, la fase acuosa (es decir, la
 goma) puede separarse de la fase oleosa como se ha descrito
 en el proceso de desgomado de la patente estadounidense
20 nº 2.782.216 y después puede ser agregada la base al produc-
 to de goma húmeda recuperado. Por consiguiente, es innecesario
 separar realmente (v.g. por centrifugación) la fase acuosa
 de goma húmeda de la fase oleosa. La base puede agregarse en
 cualquier momento después de haberse hidratado la lecitina
25 (es decir, de haberse vuelto insoluble en el aceite).

 Según las condiciones del proceso empleadas, el con-
 tenido de sólidos de la goma húmeda puede variar considerable-
 mente (v.g. entre 20 y 80 % de sustancias secas en la goma hú-
30 meda). El exceso de agua en la goma húmeda requerirá normal-
 mente un mayor grado de precaución en el proceso para obte-

420269



1 ner el producto mejorado deseado y también aumenta los gastos
de evaporación. También aparecen dificultades en el proceso y
en la recuperación de una lecitina de gran calidad cuando la
goma húmeda contiene insuficiente agua. Se consiguen unas
5 ventajas de transformación y unas propiedades de los fosfáti-
dos considerablemente mejoradas en el producto resultante
cuando la relación ponderal de agua a sustancia seca de fos-
fátido oscila entre 1:3 y 1:1 y preferiblemente es de 2:3.

10 Después de separar la goma húmeda, se mezcla la base
con ésta. La cantidad de base mezclada con la goma húmeda que
contiene el fosfátido debe ser suficiente para formar un pro-
ducto de fosfátido modificado seco con un índice de acidez
comprendido entre 10 y 25. Como ejemplos de estas bases pode-
mos citar las bases de metales alcalinos y alcalino-térreos
15 como hidróxido sódico, hidróxido cálcico, hidróxido potásico,
bicarbonato sódico, carbonato sódico, óxido cálcico y sus mez-
clas. El hidróxido sódico y el hidróxido cálcico son los más
adecuados para este procedimiento, siendo el más adecuado el
primero. Como ya se ha dicho, las condiciones globales del
20 proceso (incluida la cantidad de base añadida, la temperatura
y el tiempo de reacción) son cuidadosamente controladas para
obtener un producto de lecitina seca que tenga un índice de
acidez comprendido entre 10 y 25 (preferiblemente entre 15 y
25). Debe evitarse una cantidad excesiva o insuficiente de
base que, en combinación con otras variables del proceso, pro-
porcione un índice de acidez fuera de este intervalo. Cuando
se emplea hidróxido sódico como base, la cantidad empleada
puede oscilar entre 0,5 y 3 partes en peso de hidróxido só-
dico por cada 200 partes en peso de fosfátido seco (v.g. a
30 0,5 % de humedad). Sin embargo, cuando se desea emplear las

420269



1 temperaturas más elevadas para obtener un tiempo de reacción
corto, la cantidad de hidróxido sódico estará comprendida ge-
neralmente entre 1 y 2 partes en peso por cada 200 partes de
fosfátido seco.

5 Alternativamente, la mezcla básica puede pasar a tra-
vés de una zona de reacción (v.g. un cambiador de calor o un
reactor discontinuo) y después ser secada. El producto seco
resultante (al 0,4 % de agua sobre la sustancia seca) debe
10 tener un índice de acidez de 10 a 25. Deben evitarse las con-
diciones de reacción y secado excesivas o insuficientes, que
no proporcionen el índice de acidez mencionado. Aunque a las
temperaturas de la base más bajas, la reacción entre la base
y el fosfátido puede efectuarse durante 30 minutos o más a
temperaturas de 140°F (60°C) o más altas, se introducen mejo-
15 ras importantes en el producto cuando las sustancias reaccio-
nantes se someten a una temperatura superior a 180°F (82°C)
durante no más de 5 minutos. En un proceso continuo, estas me-
joras son especialmente evidentes cuando el tratamiento térmi-
co se realiza en menos de 1 minuto y preferiblemente en menos
20 de medio minuto (todavía mejor en menos de 10 segundos).

Las condiciones del proceso adecuadas para secar y
calentar simultáneamente la mezcla producto de la reacción da
lugar a un producto de lecitina que presenta unas propiedades
de emulsificación excepcionales. El secado de la mezcla de ba-
25 se y goma húmeda se realiza adecuadamente bajo condiciones de
secado a vacío, a temperaturas elevadas, para obtener un pro-
ducto de lecitina seca que contiene menos del 1 % de humedad
y preferiblemente de 0,2 % a 0,5 % (método de Karl Fischer).
30 Cuando se seca y se hace reaccionar simultáneamente la mezcla
de goma húmeda, los mejores resultados se alcanzan cuando la

420269



1 presión es inferior a 20 pulgadas de mercurio (presión absoluta)
ta) (508 mm) y preferiblemente de 3,0 a 10" (76,2 a 254 mm)
de mercurio (presión absoluta) y la temperatura es de 180 a
250°F (82 a 121°C), preferiblemente de 200°F (93°C) o más.

5 Este procedimiento se lleva a cabo mejor de una forma
tal que constituya un proceso integrado y continuo con el pro-
ceso de desgomado de la patente estadounidense nº 2.782.216.
En este proceso integrado, se separa continuamente un produc-
to de goma húmeda de acuerdo con el proceso de desgomado de
10 la patente estadounidense nº 2.782.216 y se permite que fluya
de manera directa y continua al secadero a vacío. Después de
separarlo y antes de secarlo, se dosifica apropiadamente la
base acuosa en la goma húmeda y se mezcla con ella. Para este
fin puede utilizarse un simple conducto (v.g. un tubo) pro-
15 visto de un dosificador para medir la cantidad apropiada de
caústica introducida y medios para mezclar turbulentamente la
caústica agregada con la goma húmeda y cargarla directamente
en el secadero a vacío.

20 La temperatura de reacción y el periodo de tratamien-
to deben ser tales que no influyan adversamente sobre las pro-
piedades deseadas del producto de lecitina. Un tratamiento
térmico excesivo (v.g. temperaturas elevadas durante un pe-
riodo de tiempo prolongado) suele oscurecer y espesar la le-
citina hasta tal punto que queda funcionalmente destruida.
25 Por estas razones, especialmente cuando la mezcla de base y
goma húmeda se expone a temperaturas de 180°F (82°C) o más, el
periodo de tratamiento se mantiene en un valor mínimo. Por
consiguiente, si el proceso se realiza a las elevadas tempe-
raturas del proceso continuo aquí descrito, el producto seco
30 debe ser enfriado lo más rápidamente posible para evitar un

420269



1 oscurecimiento o espesamiento adversos del producto. El en-
friamiento inmediato del producto seco a una temperatura in-
ferior a 160°F (71°C) y preferiblemente inferior a 150°F
5 (66°C) aliviará estos efectos adversos. Para este fin puede
utilizarse un aparato de enfriamiento rápido convencional co-
mo por ejemplo los cambiadores de calor de enfriamiento rápido.

Los fosfátidos pueden suministrarse blanqueados o no
blanqueados. La operación de blanqueo puede realizarse en
cualquier fase del proceso con agentes blanqueadores conven-
10 cionales. Los agentes blanqueadores pueden ser agregados ade-
cuadamente durante la separación de la goma húmeda del aceite
crudo, antes o durante la adición de la base y habitualmente
antes de secar la goma húmeda modificada.

En el procedimiento continuo descrito, puede trans-
15 formarse un producto de goma húmeda en una lecitina modifica-
da que presenta propiedades excepcionales de emulsificación
en un periodo total de tiempo de 5 segundos o menos (v.g.
1 a 5 segundos). A diferencia de los procedimientos anterio-
res de tratamiento de la goma húmeda, que requerían un trata-
20 miento inicial con ácido y base o viceversa, el procedimiento
de esta invención simplifica las operaciones generales redu-
ciéndolas a una sola operación de adición de base. En compa-
ración con los procedimientos de la técnica anterior (v.g.
25 vasijas de reacción distintas para las reacciones con el áci-
do y con la base), el precio de coste de los equipos y el tien-
po necesario para obtener el producto de lecitina modificado
son reducidos considerablemente. Se ha encontrado que para
30 poner en práctica esta invención es suficiente un simple con-
ducto conectado operativamente entre un tanque de retención
de desgomado y el secadero a vacío, provisto de medios para

420269



-510-

1 dosificar el producto cáustico en una corriente continua de
goma húmeda. A diferencia de los procedimientos de la técnica
anterior que requieren el uso de operaciones de tipo discon-
2 tinuo, esta invención proporciona un procedimiento integrado
5 y continuo desde la operación inicial de desgomado hasta la
preparación final del producto deseado.

Los productos de lecitina preparados de acuerdo con
esta invención poseen propiedades excepcionales. Comparados
con los productos de lecitina recuperados por el proceso de
10 aceite libre de romperse (que presentan un cierto aroma
y olor a fruta), los productos de esta invención presentan un
aroma y un olor relativamente blandos. Por consiguiente, el
uso de los productos de lecitina de este invento no afecta
adversamente a las características deseadas de aroma y olor
15 del producto alimenticio final deseado que contiene la lecitina
como aditivo alimentario. La lecitina comunica unas pro-
piedades excepcionales de emulsificación a los productos ali-
menticios en polvo adecuados para ser reconstituídos con me-
dios acuosos y para ser consumidos en forma líquida. Los pro-
20 ductos de lecitina presentan una gran velocidad de hidrata-
ción y atributos de fácil mojado. Las lecitinas son compati-
bles con una amplia gama de productos alimenticios suministra-
dos en forma seca (v.g. proteínas, hidratos de carbono, acei-
tes y aditivos separados insolubles) y facilitan su disper-
25 sión en los medios acuosos. Las lecitinas de esta invención
presentan una excepcional compatibilidad de la emulsión con
sistemas muy iónicos (v.g. sales y aditivos minerales solu-
bles en agua) y la emulsión es estable dentro de un amplio
30 intervalo de pH. Las lecitinas son especialmente adecuadas
para formar emulsiones excepcionalmente estables con una gran

420269



1 concentración de grasas, aceites y/o materias discretas insolubles suspendidas. Si se desea, pueden utilizarse agentes tensoactivos no iónicos como agente emulsionante conjunto sin afectar adversamente a las propiedades emulsificantes de los productos de lecitina de este invento.

5 El siguiente ejemplo ilustra la invención.

EJEMPLO

10 Se obtiene una goma húmeda haciendo reaccionar a 160°F (71°C), 100 partes en peso de aceite de soja crudo extraído con hexano con 0,12 partes en peso de anhídrido acético, de acuerdo con el Ejemplo 1 de la patente estadounidense nº 2.782.216. El aceite crudo que ha reaccionado con el anhídrido acético se mezcla entonces inicialmente con 1,5 partes en peso de agua y después con 0,27 partes en peso de una solución acuosa de peróxido de hidrógeno al 35 % por cada 100 partes en peso de aceite crudo. La fase acuosa que contiene la lecitina hidratada que ha reaccionado con el anhídrido de ácido se separa después del aceite mediante una centrífuga de descarga continua. A continuación se lleva una corriente continua de la fase acuosa centrifugada directamente a un secadero a vacío, un evaporador de película frotada continua, dosificando 0,6 partes en peso de hidróxido sódico por cada 15 100 partes en peso de sustancia seca de la goma húmeda en esta última, inmediatamente antes de su admisión al secadero. El secadero a vacío se mantiene a 240°F (116°C) y a una presión absoluta de 3 pulgadas (76,2 mm) de mercurio, con un tiempo total de secado de aproximadamente 10 segundos y el producto de reacción resultante que abandona el secadero tiene un contenido en humedad de 0,2 % (método de Karl Fischer). Inmediatamente después de abandonar el secadero a vacío, la

420269



1 lecitina seca modificada se enfría en un cambiador rápido de calor a una temperatura de 150°F (65°C) (el tiempo total que permanece el producto a más de 180°F (82°C) es inferior a 10 segundos).

5 La lecitina producida de acuerdo con este ejemplo se caracteriza por las siguientes propiedades:

	Humedad ¹ (Karl Fischer)	0,5 máximo
	Color ² (escala Gardner 1)	9 máximo
	Insolubles en acetona ³	63,0-64,5
10	pH ⁴	6,0-7,0
	Insolubles en benceno ⁵	0,06 máximo
	Viscosidad a 77°F (25°C) ⁶	70 cps máximo
	Indice de acidez ⁷	16

1 - Método oficial A.O.C.S. Ca 2e-55

15 2 - NSPA 1972-73 Year Book and Trading Rules - Pág. 64, solución al 5 % en aceite mineral - color Gardner 1933.

3 - Método oficial A.O.C.S. Ja 4-46.

4 - 10 g de lecitina y 90 g de agua destilada mezclados durante 3 minutos en una mezcladora Waring - pH determinado sobre la mezcla.

20

5 - Método oficial A.O.C.S. Ja 3-55.

6 - Método oficial A.O.C.S. Ka-6-59.

7 - Método oficial A.O.C.S. Ja 6-55.

25 La estabilidad de toda emulsión conteniendo una alta proporción de grasa se determinó mezclando íntimamente 45 g de manteca de cerdo, 45 g de sebo de buey, 5 mg de colorante Sudan IV y 10 g del producto de lecitina modificado de este ejemplo. Después se añadieron 6,5 g de la mezcla resultante de lecitina y grasa a 100 ml de agua corriente caliente

30 (165°F, 74°C) y se agitó a una velocidad moderada en una ba-

420269



1 tidora doméstica corriente durante 1 minuto. Una parte alí-
cuota de 100 ml de la mezcla de agua-lecitina-grasa se ver-
tió en una probeta graduada de 100 ml y se dejó en reposo
5 durante 30 minutos, después de lo cual se examinó la probeta
para detectar una capa de color rojo. Se considera que la es-
tabilidad de esta emulsión es excelente ya que el volumen to-
tal de la capa de grasa coloreada de rojo era inferior a 1 ml.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de un fosfá-
tido que presenta propiedades mejoradas de emulsificación a
partir de un aceite crudo vegetal que contiene fosfátido, cu-
yo método comprende las operaciones de:

15

(a) tratar un aceite vegetal que contenga fosfátidos con agua
y una pequeña cantidad de un anhídrido orgánico,

(b) separar la fase oleosa de la fase acuosa para formar una
goma húmeda que comprende agua y el producto de la reac-
ción entre el fosfátido y el anhídrido orgánico,

20

(c) mezclar la goma húmeda separada con una base de metal al-
calino-térreo o con una base de metal alcalino,

25

(d) secar la mezcla de base y goma húmeda a una temperatura
de 140°F (60°C) como mínimo, hasta un contenido en hume-
dad inferior al 1 % en peso, siendo la cantidad de base
mezclada con la goma húmeda, la temperatura y el periodo
de tratamiento a temperaturas superiores a 140°F (60°C)
suficientes para proporcionar un producto de fosfátido
seco que tenga un índice de acidez comprendido entre 10 y
30.

129

30

420269



1

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde la mezcla de goma húmeda y base se seca a una temperatura superior a 140°F (60°C) durante 5 minutos o menos.

5

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde el secado se realiza a una temperatura superior a 180°F (82°C) y simultáneamente la mezcla se seca hasta un contenido en humedad inferior al 1 % y se hace reaccionar hasta un índice de acidez comprendido entre 10 y 25, en 30 segundos o menos.

10

4. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 3, donde la relación ponderal de agua a sustancia fosfática seca está comprendida entre 1:3 y 1:1 y la cantidad de base agregada a la goma húmeda es de 0,5 a 3,0 partes en peso de base por cada 200 partes en peso de fosfático seco.

15

5. Un procedimiento según la Reivindicación 4, donde la base es un hidróxido metálico soluble en agua.

20

6. Un procedimiento según la Reivindicación 4, donde se mezclan entre 1 y 2 partes en peso de hidróxido sódico con cada 200 partes en peso de fosfático seco y la mezcla se seca hasta un contenido en humedad inferior al 0,5 % en peso, a una temperatura comprendida entre 200 y 250°F (93 y 121°C).

25

7. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 6, donde el fosfático seco es inmediatamente enfriado a una temperatura inferior a 160°F (71°C).

Reg

30

8. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde se mezclan entre 1 y 2 partes en peso de la base con cada 100 partes en peso de fosfático seco.

9. Un procedimiento según la Reivindicación 8, donde el tiempo que la mezcla tratada permanece a temperaturas supe-



1 riores a 180°F (82°C) es inferior a 10 segundos.

10. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 9, donde el anhídrido es anhídrido acético.

5 11. Un procedimiento según la Reivindicación 4, donde la relación ponderal de agua a fosfátido seco es de 2:3.

12. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 11, donde el índice de acidez del fosfátido seco está comprendido entre 15 y 25.

10 13. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN FOSFATIDO".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de quince páginas mecanografiadas.

15

Madrid, 5 de noviembre de 1973

BERNARDO UNGRIA

P.P.

20

25

30