

432108

PATENTE DE INTRODUCCION

Int. Cl.: CUB, CUC

COPIA

CONCEDIDA

18 MAYO 1976

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA REFINAR SUBSTANCIAS GRASAS.-

Solicitante: CANADA PACKERS LIMITED, entidad canadiense, residente en 2211 St. Clair Avenue, West, Toronto, Ontario, Canadá.-

Esta invención se refiere al refinado de sustancias grasas crudas, como por ejemplo ácidos grasos libres no refinados, aceites grasos y grasas, con el uso de tratamiento térmico de las sustancias grasas en presencia de un adsorbente decolorante, y preferente-

5.

5. mente también en presencia de una pequeña cantidad de ácido fosfórico. Este procedimiento puede utilizarse en lugar del refinado convencional por álcali. Se aplica al tratamiento de aceites y grasas comestibles para la producción de margarina, mantecas, aceites para ensalada y para cocinar, grasas de revestimiento, etc., así como para el tratamiento de productos no comestibles tales como el sebo no comestible, los ácidos grasos y los aceites para la industria de la pintura y la resina. Puede combinarse con las operaciones convencionales de decoloración y desodorización y se adapta a una combinación con los procedimientos de hidrogenación.
- 10.

15. Los procedimientos más ampliamente utilizados para el refinado de grasas y aceites son en la actualidad los conocidos procedimientos de refinado por álcali. Se han propuesto ciertas operaciones de refinado con ácidos, pero no han sido recibidas favorablemente por la industria. En el referinado por álcali los ácidos grasos libres se convierten en jabones que eventualmente son retirados del aceite en una fase acuosa. El aceite recuperado se decolora a continuación con un adsorbente, se filtra y se desodoriza bien antes o bien después de la hidrogenación.
- 20.

25. En el uso del refinado por álcali se tienen



- ciertos inconvenientes. En primer lugar se encuentra el elevado costo de instalación del equipo, particularmente las centrífugas en las que se separa la fase acuosa del aceite. A continuación hay otras centrífugas en las que se lava el aceite con agua para eliminar los residuos de álcali y de jabón. Estas centrífugas deben funcionar de manera continuada y a veces plantean un serio problema de mantenimiento. Otra desventaja sería del refinado por álcali es la cantidad de saponificación del aceite, al parecer inevitable, por la acción del álcali, dando como resultado una disminución del rendimiento de aceite.
- 5.
- 10.

- La presente invención proporciona un proceso para el refinado de sustancias grasas crudas sin el uso de álcali. La sustancia grasa cruda se pone en contacto con un adsorbente, que es preferentemente una arcilla activada por ácido, a una temperatura en la gama de 120 a 260°C aproximadamente, en ausencia substancial de aire, durante un breve periodo de tiempo. Esta fase se perfecciona realizando el proceso de tratamiento térmico en presencia de una pequeña cantidad de ácido fosfórico, que tiene como efecto descender la temperatura de tratamiento y mejorar la calidad del producto. Después de este tratamiento el adsorbente y las impurezas adsorbidas sobre el mismo se retiran por filtración. Los aceites y grasas trata-
- 15.
- 20.
- 25.

5. dos pueden desodorizarse directamente o bien hidrogenarse antes de la desodorización. Optativamente, una mezcla de aceite, adsorbente y ácido sin filtración y después de adición de un catalizador adecuado, puede hidrogenarse directamente. La arcilla con las impurezas del adsorbente y el catalizador apagado se filtran a continuación, desodorizándose finalmente el aceite filtrado. Durante estas desodorizaciones, se retiran del aceite los volátiles, incluyendo los ácidos grasos libres.

10. El procedimiento de la invención puede aplicarse a una amplia variedad de aceites, incluyendo la mayoría de aceites y grasas comestibles habituales en el comercio. El procedimiento puede aplicarse también a materiales grasos no comestibles tales como el sebo no comestible, los ácidos grasos y aceites crudos que se utilizan en la industria de la pintura.

15. Entre las sustancias grasas que han sido tratadas con éxito en el proceso se incluyen el aceite de soja, el aceite de colza, el aceite marino, el aceite de la semilla de girasol, el aceite de cacahuete, el aceite de palma, el aceite de semilla de palma, el aceite de coco, el tocino, el sebo no comestible y el ácido oléico.

20. En el procedimiento puede utilizarse cual-

25.

- quiera de los adsorbentes decolorantes comerciales, pero se ha comprobado que las arcillas decolorantes, y especialmente las arcillas decolorantes activadas por ácido (por ejemplo Special-Filtrol) son notablemente mejores que los otros adsorbentes decolorantes.
5. Se ha comprobado además que la arcilla decolorante activada por ácido puede utilizarse bien en forma recién preparada o en forma de una arcilla activada apagada procedente de otros procesos del refinado del aceite.
10. La arcilla se utiliza preferentemente en una cantidad de 0,1 a 6 % en peso aproximadamente basándose en el peso del aceite, según la naturaleza del aceite que se trata. Así, un aceite relativamente limpio, como por ejemplo el aceite de semilla de palma, puede necesitar sólo alrededor del 0,1 % de adsorbente, mientras que el aceite de maíz puede llegar a necesitar, por ejemplo, alrededor del 6 %. Junto con el adsorbente pueden añadirse una pequeña cantidad de elemento de filtración, como por ejemplo tierra de batán,
15. para facilitar la posible filtración. Este elemento suele añadirse menos de un 1,0 % en peso basándose en el peso del aceite, siendo suficiente con el 0,5 %. Las tierras de batán no tienen propiedades adsorbentes y se utilizan únicamente para mejorar la filtración. Cuando se utiliza el adsorbente sin
- 20.
- 25.

añadir previamente ácido fosfórico, la temperatura del tratamiento suele encontrarse en la gama de 204 a 260°C. Se ha alcanzado un tratamiento satisfactorio de aceites comestibles sólo con arcilla activada con ácido a unos 232°C.

5.

El ácido fosfórico se emplea en una cantidad que puede variar de un 0,1 a un 1,0 %. También en este caso, la cantidad de ácido fosfórico depende en cierta medida de la naturaleza del aceite que se trata.

10.

La cantidad de ácido fosfórico depende igualmente en cierta medida de las temperaturas a las que se procede el aceite. Pueden utilizarse menores temperaturas de tratamiento cuando se utiliza más ácido fosfórico en la fase previa al tratamiento. La temperatura preferida a la que se calienta el aceite en presencia de arcilla adsorbente es de unos 163 - 177°C, cuando se ha efectuado un pre-tratamiento con aproximadamente un

15.

0,1 % de H_3PO_4 . El ácido fosfórico puede mezclarse con el aceite o grasa a cualquier temperatura a la que se encuentre en estado líquido el aceite o la grasa.

20.

Preferentemente se efectúa un pre-tratamiento breve del aceite o la grasa con ácido fosfórico, agitando el ácido con el aceite o la grasa a una temperatura que varía desde la temperatura ambiente a unos 37,8°C,

25.

después de lo cual se añade la arcilla adsorbente y se

calienta acto seguido la mezcla de aceite, ácido y adsorbente a la temperatura deseada. El pre-tratamiento del aceite con ácido fosfórico a temperatura relativamente baja impide la formación de espuma durante el calentamiento del aceite.

5.

El tiempo de tratamiento es relativamente corto, exigiendo normalmente solo que la substancia grasa se ponga bien en contacto con el agente de tratamiento a la máxima temperatura que se utilice. Cuando se utiliza solo adsorbente decolorante puede añadirse

10.

a la substancia grasa antes del calentamiento y a continuación se calientan juntos la substancia grasa y el adsorbente, en vacío o con atmósfera inerte, a la máxima temperatura, por ejemplo 232°C, seguido por enfriamiento inmediato y filtración. Se comprenderá,

15.

sin embargo, que el adsorbente puede también añadirse a la substancia grasa precalentada o a la substancia grasa en cualquier fase del calentamiento. Cuando se emplea ácido fosfórico se prefiere que se añada a temperatura relativamente baja tal como se ha dicho anteriormente y se ponga en contacto con la substancia grasa durante un breve periodo de tiempo, por ejemplo,

20.

unos 10-30 minutos antes de añadir el adsorbente y calentar a la máxima temperatura de tratamiento. Optativamente, el ácido fosfórico y el adsorbente pueden

25.

añadirse juntos al aceite antes del calentamiento o en cualquier fase del mismo.

El uso de vacío durante el calentamiento sirve generalmente para excluir el aire. No obstante, el proceso puede combinarse con extracción con vapor mientras se hace el vacío con el fin de eliminar los ácidos grasos libres y otros volátiles. Oportativamente, el tratamiento térmico puede realizarse en atmósfera de gas inerte, por ejemplo nitrógeno.

5.

10.

Ejemplos 1-11

Se sometió a diversas sustancias grasas crudas que normalmente se tratarían por el refinado con álcali a un tratamiento térmico combinado con ácido fosfórico y arcilla activada con ácido. Una muestra de

15.

1000 g. de cada aceite crudo se colocó en un matraz de destilación de 3 cuellos de 2000 ml dotado de termómetro, un agitador de velocidad variable y un tubo de vidrio conectado a un suministro de nitrógeno. El aceite se calentó a 37,8°C. Con una pipeta se introdujo el ácido fosfórico en el matraz, y a continuación

20.

se agitó a baja velocidad y durante 15 minutos la mezcla aceite-ácido. Se añadieron el adsorbente Special Filtrol (marca de fábrica de arcilla activada con ácido fabricada por Filtrol Corp. 3250 E. Washington Blvd., Los Angeles 23, California, U.S.A.) y la ayuda para

25.

- filtración Celite (marca de fábrica de un producto de tierra de batan fabricado por Johns-Manville, 22 E. 40 Street, New York, 16, N.Y., U.S.A.), y que pudo en marcha una corriente de nitrógeno al interior del matraz para excluir el aire y eliminar la humedad liberada durante el calentamiento. Se aplicó calor hasta que se alcanzó la temperatura de tratamiento deseada. Se mantuvo también caliente la parte superior del matraz para impedir la condensación de la humedad. Tan pronto como se alcanzó la temperatura deseada de reacción, se detuvo el calentamiento, enfriándose el matraz a 110°C. Los aceites se filtraron a esta temperatura a través de un embudo Buchner.

- Los aceites refinados con arcilla-calor fueron analizados en cuanto a color, ácidos grasos y libres y pérdida y a continuación se desodorizaron en condiciones convencionales. En la tabla I se dan los resultados para cada aceite.

T A B L A I

Refinado con H₃PO₄-arcilla-calor de un

Análisis	Ejemplos de substancias				
	1	2	3	4	5
	Soja	Colza	Girasol	Maiz	Cacahue
Acidos grasos libres crudos (%)	0.30	0.31	0.28	2.34	1.07
Arcilla activa de tratamiento (%)	2.0	4.0	1.5	6.0	4.0
Ayuda de filtración (%)	0.5	1.0	0.4	1.5	1.0
Acido fosfórico (%)	0.1	0.4	0.2	1.0	0.2
Temperatura, °C	177	177	177	177	177
Color del aceite tratado (rojo)	1.0	1.3	0.4	2.0	0.9
Acidos grasos libres ()	0.73	0.36	0.15	2.67	1.18
Color del aceite desodorizado (rojo)	0.7	1.0	0.4	2.0	0.7
Acidos grasos libres (%)	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02
Aroma	insípido	bueno	insípido	insípido	insípido
AOM (H)	6	18	9	13	18
Uchaal (días)	11	12	15	8	17

a variedad de aceites crudos

as grasas crudas	6	7	8	9	10	11
te Palma	3.55	1.23	5.60	6.40	1.46	** (0.34
Coco	4.0	2.0	0.1	2.0	4.0	2.0
Memilla de palma I	1.0	0.5	0.025	0.5	1.0	0.5
Memilla de palma II	0.4	0.1	0.02	0.1	0.2	0.3
Tocino fino seco	177	177	177	177	177	177
	1.4	0.4	1.2***	0.7	*	0.5
	3.89	1.53	5.7	7.3	-	0.48
	1.7	0.7	0.5	0.7	1.3	0.6
	0.03	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03
	insípido	insípido	insípido	insípido	insípido	insípido
	60	60	60	60	25	4
	15	30	11	20	8	5

*)hidrogenado directamente a 76 IV

**) color del aceite crudo muy malo (9,0 R)

***) decolorado con arcilla al 0,5 para obtener un color por debajo de 1,0 R.

T A B L A I

Refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor de un a vari

Análisis	Ejemplos de substancias gra					6
	1	2	3	4	5	
	Soja	Colza	Girasol	Maíz	Cacahue	
Acidos grasos libres crudos (%)	0.30	0.31	0.28	2.34	1.07	3.
Arcilla activa de tratamiento (%)	2.0	4.0	1.5	6.0	4.0	4.
Ayuda de filtración (%)	0.5	1.0	0.4	1.5	1.0	1.
Acido fosfórico (%)	0.1	0.4	0.2	1.0	0.2	0.
Temperatura, °C	177	177	177	177	177	17
Color del aceite tratado (rojo)	1.0	1.3	0.4	2.0	0.9	1.
Acidos grasos libres (-)	0.73	0.36	0.45	2.67	1.28	3.
Color del aceite desodorizado (rojo)	0.7	1.0	0.4	2.0	0.7	1.
Acidos grasos libres (A)	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.
Aroma	insípi- do	bueno	insípi- do	insípi- do	insípi- do	insípi- do
AOM (H)	6	18	9	13	18	6
Schaal (días)	11	12	15	8	17	1

x)hidrogenado directamente a 76 IV

xx) color del aceite crudo muy malo (9,0 R.)

xxx) decolorado con arcilla al 0,5 % para obtener color por debajo de 1,0 R.



I
una variedad de aceites crudos

ci as grasas crudas

	6	7	8	9	10	11
ue te Palma	Coco	Semilla de palma I	Semilla de palma II	Foca	Tocino fun	findo seco
7	3.55	1.23	5.60	6.40	1.46	*** 0.34
	4.0	2.0	0.1	2.0	4.0	2.0
	1.0	0.5	0.025	0.5	1.0	0.5
	0.4	0.1	0.02	0.1	0.2	0.3
	177	177	177	177	177	177
	1.4	0.4	1.2***	0.7	* -	0.5
	3.89	1.53	5.7	7.3	-	0.48
	1.7	0.7	0.5	0.7	1.3	0.6
	0.03	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03
i -	insípi- do	insípi- do	insípi- do	insípi- do	insípi- do	insípi- do
	60	60	60	60	25	4
	15	30	11	20	8	5

)
btener un



El tratamiento con arcilla y calor refinó satisfactoriamente todos los tipos de aceite crudo enumerados en la tabla I. El color del aceite desodorizado, los ácidos grasos libres, el aroma y la estabilidad, medidos por AOM y horno de Schall, indicaron que estos aceites son iguales a los aceites producidos utilizando el refinado caústico.

Ejemplo 12.

Una carga de 180 kg. de aceite de soja crudo (ácidos grasos libres 0,30 %) se colocó en un recipiente cerrado dotado de serpentines de vapor y agua, calentador reforzador eléctrico, agitador y eyector para extraer el vacío. Se añadió al aceite 200 g. de ácido fosfórico, agitándose la mezcla durante 30 minutos a la temperatura ambiente (27°C). Se añadieron 3,6 kg. de arcilla activada (Special Filtrol nº 4) y 0,90 kg. de ayuda para filtración (Celite nº 545), cerrándose el recipiente y extrayéndose el vacío hasta aproximadamente 482,6 mm de Hg. de presión absoluta. La carga se calentó a la temperatura de reacción (27 a 177°C) en 45 minutos.

Sin ningún tipo de mantenimiento a 177°C, se enfrió la carga a 110°C y se retiró la arcilla y la ayuda para filtración utilizando un filtro de chapa y vastidor. La desodorización de laboratorio produjo un aceite insípido. Igualmente el aceite refinado



por arcilla-calor se hidrogenó desde un índice refractivo Zeiss de 79,3 a 62,3 en 40 minutos. Los resultados de ambas pruebas denotan un rendimiento satisfactorio.

5. Ejemplo 13.

Una carga de 8,325 kg. de aceite crudo de soja (ácidos grasos libres 0,33 %) se introdujo en un recipiente de hidrogenación de carga del tipo utilizado en la industria de los aceites comestibles. Se añadieron a 37,8°C 15,75 kg. de H_3PO_4 concentrado (0,19 %) y el aceite y el ácido se agitaron a esta temperatura durante 20 minutos a la presión atmosférica. Se añadieron 135 kg. (1,6 %) de arcilla activada con ácido (Special Filtrol nº 4) y la mezcla se calentó a 174°C bajo vacío (152,4 - 304,8 mm Hg de presión absoluta), con un tiempo de calentamiento de 30 minutos de 163 a 174°C. Una muestra del aceite mostró en este punto un color de 0,4 R/5Y y un contenido de ácidos grasos libres de 0,66 %. A continuación se añadió a la carga de aceite el catalizador de hidrogenación a 174°C, hidrogenándose directamente el aceite en presencia de los agentes de refinado y del catalizador. El aceite hidrogenado (RI 60°C-14561) se enfrió a 99°C, se filtró, se decoloró y se desodorizó obteniéndose un producto de aceite de calidad substancialmente equivalente a la obtenida por el refinado caústico, y la hidrogenación, decoloración y desodorización.

Ejemplo 14.

- Durante una operación de refinado con álcali en instalación industrial se obtuvieron muestras de aceite de soja crudo y refinado con cáustico. La muestra
5. cruda se sometió a refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor utilizándose 0,2 % de H_3PO_4 y 2 % de Special Filtrol nº 4 siendo de 182°C la temperatura máxima de tratamiento térmico. La muestra refinada con cáustico se decoloró con 1 % de Special Filtrol nº 4. Ambos aceites, el
10. refinado con cáustico decolorado y el refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor fueron desodorizados durante dos horas a 252°C utilizando 1 %/H de vapor de extracción. Se efectuaron pruebas de estabilidad con los aceites desodorizados sin antioxidantes ni ácido cítrico. En la tabla
15. II se resumen los resultados de la comparación.

ABLA II

Comparación entre el refinado cáustico y rojo con arcilla-calor

Análisis	Aceite refinado con cáustico en <u>plación industrial</u>				Aceite refinado con <u>H₃PO₄-arcilla-calor</u>	
	Aceite crudo	Refinado	Refinado y decolorado	Desodorizado	Refinado	Desodorizado
Acidos grasos libres	0.68%	0.03%	0.04%	0.02%	0.90%	0.02%
Color (Lovibond)	-	9.5R	1.8R	0.6R	1.1R	0.8R
Valor peróxido (me/kg)	3.0	3.5	2.0	nada	nada	nada
Estabilidad AOM (70 me/kg)		6 hr.	6 hr.	10 hr.	12 ½ hr.	12 hr.
Estabilidad en horno Schaal				14 días		13 días
Estabilidad en botella marrón				5 semanas		7 semanas
Tocóferoles	0.1475%	0.1384%	0.1255%	0.0505%	0.1361%	0.0914%
Acido fosfórico libre	nada	nada	nada	nada	Trazas	nada
<u>Conjugación</u>						
Valor E a 233 m/μ	3.1	2.9	3.0	7.0	5.3	9.6
Valor E a 268 m/μ	0.31	0.26	1.7	1.5	2.0	1.7
Trieno conjugado (%)	0	0	0	0.58	0	0.81
Trieno conjugado (%)	0.003	0.002	0.043	0	0.054	0

T A B L A II

Comparación entre el refinado cáustico y refinado con arcilla

Aceite refinado con cáustico en relación industrial

Análisis	Aceite crudo	Refinado	Refinado y decolorado	Desodori- zado
Acidos grasos libres	0.68%	0.03%	0.04%	0.02%
Color (Lovibond)	-	9.5R	1.8R	0.6R
Valor peróxido (me/kg)	3.0	3.5	2.0	nada
Estabilidad AOM (70 me/kg)		6 hr.	6 hr.	10 hr.
Estabilidad en horno Schaal				14 días
Estabilidad en botella marrón				5 semanas
Tocoferoles	0.1475%	0.1384%	0.1255%	0.0505%
Acido fosfórico libre	nada	nada	nada	nada
<u>Conjugación</u>				
Valor E a 233 m/μ	3.1	2.9	3.0	7.0
Valor E a 268 m/μ	0.31	0.26	1.7	1.5
Trieno conjugado (%)	0	0	0	0.58
Trieno conjugado (%)	0.003	0.002	0.043	0

con arcilla-calor

ción industrial

Aceite refinado con
 H_3PO_4 -arcilla-calor

Desodori-
zado

Refinado Desodorizado

0.02%	0.90%	0.02%
0.6R	1.1R	0.8R
nada	nada	nada
10 hr.	12 $\frac{1}{2}$ hr.	12 hr.
14 días		13 días
5 semanas		7 semanas
0.0505%	0.1361%	0.0914%
nada	Trazas	nada
7.0	5.3	9.6
1.5	2.0	1.7
0.58	0	0.81
0	0.054	0



Puede verse por la tabla II que los aceites obtenidos por los dos procedimientos de refinado eran de calidad substancialmente similar.

Ejemplo 15.

5. Se calentó aceite crudo de soja a aproximadamente 177°C en presencia de un 2 % de arcilla activada con ácido (Special Filtrol nº 4), añadiéndose a esta temperatura máxima de tratamiento 0,2 % de H_3PO_4 . Después de agitación a fondo del aceite tratado se enfrió y trató. La
10. calidad del producto fué aproximadamente igual que cuando se añadía H_3PO_4 a 37,8°C. No obstante, cuando el ácido se añadía a la temperatura inferior ocurría menos formación de espuma durante el calentamiento.

Ejemplo 16.

15. Se obtuvieron dos muestras de sebo no comestible, dando el análisis un color FAC 19 y 2,2% de ácidos grasos libres. Una muestra se decoloró con el proceso normal de decoloración con 2,0 % de Special Filtrol nº 4 durante 15 minutos a 115,6°C. El producto decolorado tenía un color Lovabond (5 1/4") de 60 Y - 8,0 R - R - 0,8 I. y un color FAC de 9. La otra muestra fué sometida a refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor en presencia de 2,0 % de Special Filtrol nº 4 y 0,2 % de H_3PO_4 a una temperatura máxima de 182°C. El producto filtrado tenía un color Lovabond
20. (5 1/2") de 15 y-1,0 R y un color FAC de uno siendo apro-
- 25.



piado para utilizar como base de jabón de tocador. El refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor mostró un poder superior de retirada del color que el procedimiento normal de decoloración.

5. Ejemplo 17.

Se obtuvieron tres muestras de sebo no comestible nº 2. Este material crudo tenía un color FAC 31 y un contenido de ácidos grasos libres de 20,0 %. Se sometieron las muestras a refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor con diferentes cantidades de arcilla y ácido. En la tabla III y siguientes se dan los siguientes resultados:

TABLA III

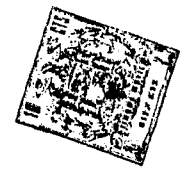
Special

Filtrol nº 4	H_3PO_4	Acidos grasos libres finales	Color Lovibond (1")	Color Lovibond (5 1/4")	Color FAC
2,0 %	1,0 %	20,4%	40y-3,5R	50y-16,0R	11
4,0 %	2,0 %	22,8%	15y-1,1R	50y-6,5R	5
6,0 %	2,0 %	22,6%	7y-0,7R	50y-4,5R	3

20.

El refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor del sebo nº 2 dá lugar a colores mucho más claros que los obtenidos en la decoloración. Se puede mejorar la calidad del sebo nº 2 con este procedimiento hasta un material que se acerca al Sebo Decolorable después de refinado cáustico y de -

25.



5. coloración. Esto no puede alcanzarse con los procedimientos actuales. El refinado cáustico no puede efectuarse dado que los ácidos grasos libres de este material son demasiado elevados, y la decoloración no es suficientemente eficaz.

Ejemplo 18.

10. Una muestra de ácido oléico destilado una sola vez se refinó con H_3PO_4 -arcilla-calor utilizando diversos niveles de arcilla y ácido. Se utilizó una prueba de calor (calentando el ácido oléico a 200°C durante 30 minutos) para evaluar la estabilidad térmica. En la tabla IV se resumen los resultados de estas pruebas.

Tabla IV. Refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor (a 182°C)

15.	Special Filtrol nº 4	H_3PO_4	Color Lovibond 5-1/4"	Gardner	Color de prueba térmica Lovibond	Gardner
	Control -	-	15Y-1,4R	3-4	40Y-4,2R	9-10
	2%	0,2%	17Y-1,1R	3-4	15Y-1,8R	7-8
	4%	0,2%	12Y-1,0R	3	14Y-1,4R	7
20.	4%	0,1%	15Y-1,1R	4	13Y-1,3R	7-8

Ejemplo 19

Aceite de semilla de soja para la fabricación de pinturas y resinas.

25. En la actualidad, se utiliza para esta finalidad aceite de semilla de soja muy decolorado y refinado. El



5. aceite debe ser de color muy claro después de la decoloración y también después de la prueba térmica. La Tabla V proporciona datos sobre un aceite de semilla de soja refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor para comparación con una serie representativa de especificaciones de un usuario industrial de aceite de semilla de soja.

TABLA V

	Crudo	Refinado con arcilla-calor	Especificación
10.		(2% de arcilla, 0,2% de H_3PO_4 a 163°C)	
	Color (Gardner)	9	1 4
	Color después de la prueba térmica ^x	4 (ppt)	2 2
	Materia no saponificable ^{xx}	0,57 %	0,44% -

15. x) Prueba térmica: Se calientan 50 g. de aceite a 260°C y se mantienen a esta temperatura durante 5 minutos.

xx) Método AOCS TK La-64T

20. El aceite de semilla de soja refinado con arcilla-calor responde a las especificaciones de color tanto antes como después de la prueba térmica.

Ejemplo 20.

25. Tres muestras de aceite crudo de arenque de la Costa Oriental se calentaron en un recipiente cerrado en presencia de una pequeña cantidad de arcilla decolorante



neutra (Pembina nº 75) bajo una capa de nitrógeno. Después de alcanzarse la temperatura máxima de tratamiento, las muestras se enfriaron hasta 177°C, se añadieron un catalizador de hidrogenación y una ayuda para filtración, hidrogenándose las muestras hasta un punto final de 54,4 ZRl. A continuación se filtró, se decoloró y se desodorizó el aceite hidrogenado. En la Tabla VI siguiente se dan los resultados:

TABLA VI
TRATAMIENTO CON ARCILLA-CALOR E HIDROGENACION
DE ACEITE CRUDO DE ARENQUE DE LA COSTA ESTE

NUMERO DE PRUEBA	1	2	3
Acidos grasos libres crudos	0,86%	0,87%	0,87%
Color crudo (Lovibond)	0,5 R	20,0 R	20,0 R
15. Tratamiento con arcilla neutra	1/4 %	1/2 %	1/2 %
Temperatura máxima de tratamiento	260°C	260°C	232°C
Temperatura de hidrogenación	177°C	177°C	177°C
Tiempo de hidrogenación (minutos)	60	120	160
SFI a 21,1°C	-	28,6	20,6
20. Color después de hidrogenación	marrón claro	rojo -marrón	rojo-marrón
Arcilla activa utilizada para decolorar el aceite hidrogenado	1/2 %	1 %	2 %
Color decolorado (Lovibond)	1,8 R	2,8 R	1,1 R
Acidos grasos libres decolorados	1,02 %	0,91 %	0,94 %
25. Color desodorizado (Lovibond)	-	3,0 R 1,0 azul	0,5 R
Estabilidad en horno Schaal	-	9 días	12 días



- Puede verse por los datos anteriores que el aceite crudo de arenque de la Costa Este puede tratarse con éxito con el refinado con arcilla calor hasta conseguirse un aceite hidrogenado y desodorizado. El color del aceite y la estabilidad del aroma con comparables con el aceite de arenque de la Costa Este refinado de la forma convencional.
- 5.

Ejemplo 21.

- Para fines comparativos, se trataron dos muestras de aceite crudo de soja, una calentando a 232°C en presencia de arcilla activada con ácido sin H_3PO_4 y la otra calentando a 171°C en presencia de arcilla activada con ácido y H_3PO_4 . En ambas pruebas se utilizaron 1,0 % de arcilla activada y 0,5 % de ayuda para la filtración.
- 10.
15. En la prueba a 171°C, se añadió 0,1 % de H_3PO_4 al aceite crudo antes del calentamiento y de la adición de la arcilla. Las muestras se enfriaron a 93,3°C y se filtraron, decolorándose y desodorizándose a continuación. Los resultados se dan en la Tabla VII , siguiente:



TABLA VII

ACEITE CRUDO DE SEMILLA DE SOJA TRATADO CON ACIDO-ARCILLA-

CALOR

	<u>Tratado a 177°C (sin ácido)</u>	<u>Tratado a 171°C (más H₃PO₄)</u>
5.		
Acidos grasos libres crudos	0,37 %	0,37 %
Acidos grasos libres tratados (ácidos grasos más H ₃ PO ₄)	0,71 %	0,54 %
Color	1,1 R	1,8 R
10. Pérdida	1,50 %	1,45 %
Acidos grasos libres blanqueados	0,71 %	0,53 %
Color	1,1 R	1,6 R
Acidos grasos libres desodorizados	0,02 %	0,02 %
Color	0,5 R	0,6 R
15. Sabor	Insípido	Insípido
Estabilidad en horno Schaal	7 días	7 días
Prueba en frío	24 horas	23 horas

20. Estas dos pruebas demuestran que con relación al aceite crudo de semilla de soja, pueden obtenerse resultados equivalentes utilizando bien arcilla sola más calentamiento a unos 232°C o bien ácido fosfórico y arcilla más calentamiento a solo 171°C. El aceite tratado puede hidrogenarse.



Ejemplo 22.

Refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor combinado con refinado con vapor para reducir los ácidos grasos libres.

5. Se trató previamente aceite crudo de semilla de palma (800 g) con 6,4 % de ácidos grasos libres con 0,1 % de H_3PO_4 . A continuación se añadió arcilla activada (2 %) y ayuda para la filtración (0,5 %). La mezcla se calentó entonces a 216°C bajo vacío. Se proporcionó agitación extrayendo la mezcla con 1 % de H_2O por hora. Se
10. continuó la extracción con vapor a 216°C durante una hora, enfriándose la carga a 110°C y filtrándose. El aceite filtrado contenía 0,84 % de ácidos grasos libres; su color era 1,6R.

15. Se verá por el ejemplo 22 que la operación de refinado con H_3PO_4 -arcilla-calor puede combinarse satisfactoriamente con la extracción por vapor para proporcionar un producto refinado de un contenido reducido de ácidos grasos Libres. Este proceso es especialmente aplicable al tratamiento de aceites que tienen un elevado
20. contenido de ácidos grasos libres y que deben hidrogenarse. Los ácidos grasos libres que puedan interferir la hidrogenación se reducen al mismo tiempo que se retiran los cuerpos de color y otras impurezas.

Se comprobará que el producto de la invención

es capaz de muchas adaptaciones y variaciones sin apartarse por ello de su espíritu ni de su ámbito.

En la anterior memoria y en las reivindicaciones que siguen, todos los porcentajes, salvo que se especifique de otro modo, se dan en peso, basado en el peso de la sustancia grasa que se trata.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA REFINAR SUSTANCIAS GRASAS, caracterizándose por lo siguiente:

10. 1.- Procedimiento para refinar sustancias grasas, tales como ácidos grasos, grasas y aceites, caracterizado porque comprende calentar dicha sustancia grasa en presencia de aproximadamente 0,1-1,0 % de ácido fosfórico y aproximadamente 0,1-6,0 % de adsorbente decolorante a una temperatura en la gama de 121 a 260°C.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1,

caracterizado porque la substancia grasa es un aceite o grasa cruda.

5. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la substancia grasa es un ácido graso crudo.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la substancia grasa es un sebo no comestible.

10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la substancia grasa es un aceite o grasa comestible seleccionado entre el grupo formado por el aceite de semilla de soja, el aceite de semilla de colza, el aceite marino, el aceite de semilla de girasol, el aceite de cacahuete, el aceite de semilla de palma, el aceite de coco, el aceite de maíz y el tocino.

15. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el adsorbente de decoloración es una arcilla activada con ácido.

20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la substancia grasa se trata previamente con el ácido fosfórico a una temperatura de hasta unos 37,8°C antes de añadir el adsorbente decolorante y calentar a una temperatura en dicha gama.

25. 8.- Procedimiento según la reivindicación 1,

caracterizado porque la substancia grasa se trata previamente con 0,1 % de ácido fosfórico aproximadamente, se añade la arcilla decolorante y la mezcla se calienta a unos 163-177°C en ausencia substancial de aire.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el aceite o grasa tratado se somete a hidrogenación.

10. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el aceite o grasa tratado se filtra antes de la hidrogenación.

11.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el aceite o grasa tratado caliente se somete directamente a hidrogenación antes de la filtración.

15. 12.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende añadir de un 0,1 a un 1 % aproximadamente de ácido fosfórico a dicho aceite o grasa, agitar la mezcla resultante, añadir de 0,1 a 6,0 % de arcilla decolorante activada con ácido a la mezcla tratada con ácido y calentar la mezcla resultante a una temperatura de unos 163-177°C.

20. 13.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende calentar dicho aceite o grasa en presencia de 0,1 a 6 % de una arcilla decolorante hasta una temperatura por encima

25.

de la temperatura de hidrógeno de los aceites grasa y grasas antes de llevar a cabo dicha hidrogenación.

5. 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque el aceite se calienta en presencia de una arcilla decolorante activada con ácido hasta una temperatura de 204-260°C.

10. 15.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende tratar térmicamente ácidos grasos crudos en presencia de 0,1 a 1,0 % de ácido fosfórico y de 0,5 a 6 % de arcilla activada con ácido a una temperatura en la gama de 163-191°C.

15. 16.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el aceite o grasa crudo contiene un contenido excesivamente elevado de ácidos grasos libres y en el que el aceite o grasa se extrae con vapor durante el tratamiento térmico para eliminar los ácidos grasos libres.

20. 17.- Procedimiento para refinar sustancias grasas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 26 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20 NOV. 1974

CANADA PACKERS LIMITED.-

J. GOMEZ ACEBO Y COMPA
Dpto. Firmados L. Gaita Fernández