



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	451192	10	A1
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION	3.9.76		

P.- 63.795

PATENTE DE INVENCION

20	PRIORIDADES:	23	FECHA	23	PAIS
	21	NUMERO	8.9.75		EE.UU.
		611.066			

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			A23J; C11B		

24	TITULO DE LA INVENCION
	"UN PROCEDIMIENTO PARA TRATAR MATERIAL DE SEMILLAS OLEAGINOSAS PARA EXTRAER ACEITE"

71	SOLICITANTE (S)
	DRAVO CORPORATION

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	One Oliver Plaza, Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América

72	INVENTOR (ES)
	George B. Karnofsky

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. FERNANDO DE ELIZABURU MARQUEZ

Este invento se refiere a la extracción con disolventes de materiales de semillas oleaginosas, y más particularmente a un nuevo procedimiento para tratar materiales de semillas oleaginosas utilizando un alcohol acuoso para producir un nuevo concentrado proteínico.

Los concentrados proteínicos son preparados actualmente a partir de semillas oleosas extrayendo aceite y al menos algunos de los carbohidratos, dejando un residuo con elevado contenido proteínico. El "concentrado de proteína de soja" es un producto preparado de esta manera a partir de habas de soja descascaradas de manera que el producto residual contenga al menos 70% de proteínas (sobre base seca). Actualmente, el concentrado de proteína de soja es preparado extrayendo carbohidratos a partir de los denominados "copos blancos", que son preparados extrayendo aceite con hexano a partir de habas de soja convertidas en copos y descascaradas, y eliminando cuidadosamente el disolvente desde los copos extraídos para hacer mínima la desnaturalización de las proteínas. La extracción selectiva de carbohidratos a partir de copos blancos se realiza ahora comercialmente utilizando en calidad de disolvente un alcohol acuoso o agua ligeramente acidificada.

En la actual práctica de la industria de soja, una gran proporción de las habas de soja son trituradas para producir piensos para animales. Los procedimientos utilizados comprenden rotura, descascarado al menos parcial, calentamiento (acondicionamiento), conversión en copos, extracción con hexano, recuperación de disolvente a partir de los copos extraídos mediante calor (eliminación de disolvente), y tratamiento por calor (tostación) de los co-

pos desde los que se ha eliminado disolvente para mejorar la digestibilidad para animales. Por lo tanto, la tostación también disminuye la solubilidad de proteínas. No se estima que la harina tostada sea el mejor producto para consumo humano, debido principalmente a que su solubilidad reducida de proteínas lo hace menos compatible para mezclarlo con otros ingredientes alimenticios, y adicionalmente debido a que todavía contiene los carbohidratos que provocan flatulencia.

Cuando se han de utilizar habas de soja para consumo humano, son almacenadas, limpiadas y descascaradas con mayor cuidado que lo son las habas de soja utilizadas para la producción de piensos para animales; y son desprovistas cuidadosamente de disolvente tras extracción con hexano con calentamiento mínimo para conservar la solubilidad de proteínas. Los copos blancos preparados de este modo pueden ser utilizados directamente como harina de soja, o extruídos para preparar proteína vegetal texturizada (PVT), productos que todavía tienen la desventaja de poseer un sabor a habas y que contienen los carbohidratos que provocan flatulencia. La extracción parcial de carbohidratos a partir de copos blancos, particularmente con un alcohol acuoso, produce un concentrado de proteínas de soja que está exento del sabor a habas de los carbohidratos que provocan flatulencia. En la patente de los Estados nº 3.734.901 de Hayes y otros se describe un procedimiento para eliminar dichos materiales utilizando un medio de extracción compuesto por un disolvente hidrocarbonado y un alcohol monovalente. Los carbohidratos extraídos en la producción de concentrado de proteínas de soja, para los cua-

les no existe actualmente utilización comercial, son aprovechados del mejor de los modos añadiéndolos a harina de soja para su utilización como piensos para animales.

5 Estos y otros objetos del presente invento se logran extrayendo partículas de material de semillas oleaginosas con una solución diluida de alcohol acuoso para extraer carbohidratos y fosfátidos seguido por extracción de aceite utilizando un alcohol concentrado.

10 En una forma de realización preferida del presente invento para preparar un nuevo concentrado de proteínas, el material de semillas oleaginosas en forma de partículas es extraído sucesivamente en tres etapas, que comprenden: poner en contacto con un alcohol acuoso relativamente diluido para eliminar carbohidratos y fosfátidos; poner en contacto con alcohol concentrado para eliminar el alcohol diluido; y poner en contacto con alcohol concentrado en o cerca del punto de ebullición para eliminar aceite, seguido por eliminación del disolvente desde el material sólido residual.

20 En una forma de realización particularmente preferida del presente invento para preparar un nuevo concentrado proteínico, el material de semillas oleaginosas es extraído sucesivamente en cuatro etapas, que comprenden: poner en contacto con un alcohol acuoso relativamente diluido para eliminar carbohidratos y fosfátidos, poner en contacto con alcohol concentrado para eliminar agua; poner en contacto con alcohol concentrado recirculado, no destilado, en o cerca del punto de ebullición para eliminar parcialmente aceite; y poner en contacto alcohol concentrado destilado en o cerca del punto de ebullición para completar

25

30

la eliminación de aceite. El nuevo concentrado proteínico es obtenido eliminando el disolvente desde el residuo extraído.

5 Se puede obtener una mejor comprensión del presente invento así como de objetos adicionales y ventajas del mismo, que resultarán evidentes de una consideración de la descripción detallada de los mismos, cuando se le toma con el dibujo anejo que ilustra un diagrama de flujo esquemático de una forma de realización particularmente preferida del invento.

10 Aunque el procedimiento es descrito con detalle en su aplicación a habas de soja, se ha de entender que es igualmente aplicable a otras semillas oleosas, tales como por ejemplo semillas de algodón, cacahuetes, semillas de sésamo, semillas de girasol, es decir semillas que contienen
15 elevadas concentraciones de proteínas nutritivas.

Los copos de haba de soja son preparados rompiendo primero habas limpias, entre rodillos ondulados en 4 a 8 trozos que luego son descascarados, reblandecidos por calor a 71°C y convertidos en copos entre rodillos lisos.
20 Los copos de soja tienen un diámetro de aproximadamente 12,5 mm y un espesor de 0,25 mm. Otras semillas oleosas pueden ser similarmente transformadas en copos o simplemente trituradas a un tamaño máximo de partículas de aproximadamente 6,25 mm. Tales copos, que ahora están preparados para la
25 extracción con hexano, son igualmente bien apropiados para el procedimiento aquí descrito.

El procedimiento en su forma de realización más preferida, comprende cuatro operaciones sucesivas. Estas operaciones son mostradas esquemáticamente en la Figura 1. Materiales de semillas oleaginosas en forma de partículas que entran por la izquierda en la conducción 1, pa
30

san a través de las operaciones I, II, III y IV, sucesivamente. Alcohol acuoso caliente, típicamente etanol al 92% en peso a su punto de ebullición, penetra en la operación IV en la conducción 2 y circula en contracorriente con los copos que salen del proceso por la conducción 3. Miscela (solución de extracto) que sale de la operación III por la conducción 4 es enfriada en un intercambiador de calor 5 para precipitar una fase oleosa. Fases mezcladas en la conducción 6 son separadas en un decantador o en una centrifuga 7, desde donde la fase de alcohol sale por la conducción 8 y la fase de aceite, más pesada, sale del proceso por la conducción 9. La fase de alcohol es dividida, circulando una porción controlada a un calentador 11 a través de la conducción 12, siendo introducido el resto en un calentador 16 a través de la conducción 10. Se recircula solución calentada a la operación III a través de la conducción 13; solución calentada avanza hasta la operación II a través de la conducción 17. Disolvente que sale de la operación II es mezclado con etanol diluido que penetra por la conducción 14, formando la solución diluida que se desea en la operación I. Miscela final que contiene carbohidratos y fosfátidos en solución sale del proceso por la conducción 15.

Se ha encontrado que sustancialmente todos los carbohidratos y fosfátidos solubles en alcohol se disuelven en las operaciones I y II. Aceite que penetra en la operación II en la corriente de líquido por la conducción 17 es precipitado completamente al ser diluido el alcohol en las operaciones II y I. Aceite precipitado depositado sobre los copos es recirculado a la operación III y disuelto de nuevo. Miscela de carbohidratos que sale por la con

ducción 15 está libre de aceite no disuelto. Aceite que sale por la conducción 9, que ha sido precipitado desde una solución que contiene poca cantidad de carbohidratos y fosfátidos, es de color amarillo pálido y está libre de "roturas".

5 En la aplicación a habas de soja, en la operación I carbohidratos y fosfátidos son extraídos de los copos con pleno contenido de grasas a temperaturas preferiblemente dentro del margen de 35 a 65°C, utilizando en calidad de disolvente etanol acuoso en el margen de concentraciones de 10 50 a 70% en peso. En la operación II, las escamas son deshidratadas, preferiblemente a la misma temperatura que en la operación I, por extracción con etanol aproximadamente al 90% en peso. En la operación III, la mayor parte del aceite es extraído dentro de una corriente en recirculación de 15 etanol aproximadamente al 90% en peso. En la operación IV, el resto del aceite es extraído con etanol aproximadamente al 92% en peso.

20 La temperatura de extracción y la concentración de alcohol en la operación I dependen de las propiedades deseadas en el concentrado proteínico, que es el producto final. La temperatura elevada y la baja concentración provocan una rápida pérdida de dispersabilidad de proteínas y absorción de agua, que algunas veces se desea conservar. Se ha descrito por el solicitante en la solicitud de patente 25 de EE.UU. también pendiente N° de serie 549.434, cedida a los mismos cesionarios que el presente invento, que se puede obtener concentrado de proteínas de soja con un elevado índice de dispersabilidad de proteínas (IDP) por extracción prolongada con etanol al 70% a 35°C. Si carece de importancia 30 el IDP, la extracción puede ser acelerada y se puede em-

plear una menor proporción de disolvente a copos extrayendo con etanol en una dilución tan baja como de 50% y a una temperatura tan elevada como 71°C.

5 En la operación II, alcohol diluido arrastrado con los copos procedentes de la operación I es desplazado por alcohol concentrado. Los copos deben ser puestos en contacto eficazmente durante un tiempo suficiente para obtener un desplazamiento completo. Dado que no se desea la extracción de aceite en la operación II, la temperatura debe estar bien por debajo del punto de ebullición del alcohol concentrado. Como cuestión práctica se prefiere hacer que la temperatura en la operación II sea la misma que en la operación I. Esto es así particularmente cuando se desea un elevado IDP en el producto concentrado proteínico, ya que las proteínas serán desnaturalizadas rápidamente si los copos están en contacto en alcohol diluido caliente antes de ser desplazados por alcohol concentrado.

10

15

20 En las operaciones III y IV, se extrae aceite mediante alcohol concentrado en o cerca de la temperatura de ebullición. Dado que el aceite de soja tiene una solubilidad sólo de aproximadamente 4% en etanol al 90% en peso hirviendo, y la concentración práctica máxima del etanol recuperado por destilación en la conducción 2 es de

25

aproximadamente 92%, resulta evidente porqué se requiere generalmente la operación III.

30 El aceite es eliminado del sistema en virtud de la diferencia entre su solubilidad a la temperatura de ebullición y su solubilidad a la temperatura existente en la conducción 6, la cual sin recurrir a refrige-

5 ración es de al menos 38°C. Con etanol al 90%, esta diferencia es de aproximadamente 3%. Así, si se han de extraer 18 kg de aceite desde 100 kg de copos con pleno contenido de grasas, la circulación en la conducción 4 debe corresponder al menos a 600 kg (18/0,03). Si la concentración de alcohol en la conducción 4, que es determinada por la cantidad de agua que entra con los copos procedentes de la operación II, desciende muy por debajo de 90%, la circulación en la conducción 4 se hace prohibitivamente elevada.

10

En general, se prefiere enfriar la miscela en la conducción 4 al mínimo que sea práctico con el agua de refrigeración disponible, con el fin de hacer mínima la recirculación a la operación III y mejorar la extracción en la operación IV. Ha de entenderse, no obstante, que el calentador 16 puede ser omitido opcionalmente mediante control y ajuste de la temperatura en la conducción 6 a la temperatura deseada en la operación II. Ha de entenderse también que si es elevada la solubilidad del aceite en el punto de ebullición del disolvente, puede omitirse la operación III, es decir las conducciones 12 y 13 y el calentador 11. Ha de entenderse también que es deseable tener un mínimo de disolvente arrastrado con los sólidos que abandonan cada operación.

15

20

25 Cuando las partículas son copos, hay una considerable cantidad de materiales rotos y finos en la miscela, los cuales son perturbadores. La experiencia en la extracción de semillas oleosas ha consistido en que la extracción con percolación, definida como un procedimiento en el cual las partículas forman lechos a través

30

de los cuales se percuela el disolvente, es superior a la extracción con inmersión. Las razones de ello consisten en que el lecho propiamente dicho es un excelente filtro para la miscela, que las partículas agotadas pueden ser evacuadas por la fuerza de la gravedad antes de eliminar el disolvente, que el lecho proporciona un contacto eficaz entre las partículas y el disolvente, y que no hay prácticamente desgaste mecánico del equipo.

Copos de soja con pleno contenido de grasas fueron extraídos de acuerdo con el presente invento. Los copos fueron preparados a partir de habas de soja cosechadas en 1974, un año de mal tiempo, que contenían solo 38,9% de proteínas (sobre base seca), en comparación con el 40,0% de proteínas que se espera en años normales. Instalaciones comerciales que emplean etanol diluido para la extracción de carbohidratos a partir de copos blancos, han experimentado dificultades para preparar a partir de estas habas de soja productos concentrados con el requerido 70,0% de proteínas (sobre base seca).

En un cierto número de tandas sucesivas, los copos fueron previamente macerados e impregnados en la solución equivalente a la de la conducción 15 (Figura 1) durante 10 minutos y luego fueron vertidos en un tubo de vidrio vertical cerrado por el fondo mediante un tamiz. Cada tanda fue tratada en sucesión inmediata con soluciones acuosas de etanol como en la Figura 1. El tiempo de permanencia en cada operación fue de una hora. Los experimentos se basaron en los siguientes parámetros adicionales, utilizando como base 100 kg de copos.

Temperatura en las operaciones I y II

54°C.

	Temperatura en las operaciones III y IV	Ebullición
	Caudal en la conducción 2	170 kg
	Caudal en la conducción 13	700 kg
	Caudal en la conducción 14	230 kg
5	Concentración de etanol en la conducción 2	92% en peso
	Concentración de etanol en la conducción 14	45,9%
	Temperatura en la conducción 6	44°C.
	Temperatura en la conducción 17	54°C.
10	Temperatura en la conducción 13	Ebullición

Quando se alcanzó el estado de régimen permanente, las diferentes corrientes fueron medidas tal como se indica en la siguiente Tabla I.

		TABLA I				
Conducciones	15	9	4	8	3	
15	Circulación (kg)	370	21,5	883	861	116,5
	Sólidos (% en peso)	4,8	-	-	-	-
	Aceite (% en peso)	0,05	-	3,3	1,1	1,0 ⁺
	Concentración de EFOH (% en peso)	58,0	-	89,9	-	-
20	Volátiles (% en peso)	-	8,5	-	-	50
	Proteínas (% en peso)	0,38	-	-	-	72,1 ⁺

+ = sobre base seca.

25 El concentrado producido por este Ejemplo tenía una concentración de proteínas (sobre base seca) de 72,1%. La cantidad de lípidos residuales medida por el método de hidrólisis ácida, dió un valor sólo de 1,5%, reflejando una eliminación de fosfátidos desusadamente buena, y que da lugar al contenido de proteínas inesperadamente

30 elevado.

El concentrado de proteínas de soja preparado por el procedimiento del presente invento tiene propiedades funcionales al menos tan buenas como los preparados por el procedimiento convencional, que consiste en extraer primero aceite con hexano y luego extraer carbohidratos con alcohol acuoso diluido. Un producto con elevado IDP puede ser preparado extrayendo en la operación I con alcohol al 70% y manteniendo la temperatura en la operación I y en la operación II por debajo de 38°C. Los copos no son desnaturalizados mucho más a la temperatura elevada de las operaciones III y IV, ya que el alcohol acuoso al 90% o más concentrado provoca poca desnaturalización.

El concentrado de proteínas de soja preparado por el procedimiento del presente invento es manifiestamente más blanco que el preparado por procedimientos convencionales. Particularmente en lo que se refiere al color, un producto como el del presente invento no ha sido preparado hasta ahora jamás. Dado que el concentrado de proteínas de soja puede ser mezclado con harina blanca, el color es un importante criterio de calidad. Aceite que necesita poco refino adicional puede ser preparado separando la pequeña cantidad de alcohol asociado con la fase de aceite en la conducción 9 de la Figura 1.

Aunque en los trabajos experimentales del solicitante con habas de soja, no se ha encontrado ninguna evidencia de alguna acumulación perjudicial de carbohidratos o de fosfátidos en la corriente de recirculación en la conducción 4, es posible que pudiera producirse tal acumulación en un trabajo continuo prolongado o con otras semillas oleosas. El remedio consistiría en purgar una pequeña co-

5 rriente desde la conducción 8 hacia un evaporador, desde donde se recircularía alcohol acuoso condensado al proceso, o purgar hacia cualquier otro proceso que sea capaz de efectuar separación entre las impurezas acumuladas y el alcohol acuoso.


REIVINDICACIONES

10 1ª.- Un procedimiento para tratar material de semillas oleaginosas para extraer aceite, carbohidratos y fosfátidos desde el mismo, que comprende: (a) poner en contacto dicho material de semillas oleaginosas con una corriente diluida de alcohol para extraer dichos carbohidratos y fosfátidos; y (b) poner en contacto el material de semillas residual de la operación (a) con una corriente de alcohol concentrado para extraer sustancialmente todo dicho aceite.

20 2ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 1ª, en que el alcohol se selecciona del grupo que consiste en los alcoholes alifáticos monovalentes que tienen de 1 a 4 átomos de carbono.

3ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 2ª, en que el alcohol es etanol.

25 4ª.- Un procedimiento para tratar material de semillas oleaginosas para extraer aceite, carbohidratos y fosfátidos, que comprende: (a) poner en contacto dicho material de semillas oleaginosas con una corriente de alcohol diluido para extraer dichos carbohidratos y fosfátidos; (b) poner en contacto el material de semillas de la
30 operación (a) con una corriente de alcohol concentrado para



desplazar alcohol diluido; y (c) poner en contacto el material de semillas de la operación (b) con una segunda corriente de alcohol concentrado para extraer sustancialmente la totalidad de dicho aceite.

5 5ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 4ª, que comprende adicionalmente las operaciones de tratar una miscela enriquecida en aceite obtenida de la operación (c) para separar disolvente y una porción del aceite desde dicha corriente de miscela y devolver
10 dicho disolvente a la operación (b) en forma de dicha primera corriente de alcohol concentrado.

 6ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 5ª, en que una porción de dicho disolvente constituye una porción de dicha segunda corriente de al-
15 cohool concentrado.

 7ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 6ª, en que dicha porción de dicho disolvente entra en contacto con dicho material de semillas antes de entrar en contacto con la porción remanente de dicha segun-
20 da corriente de alcohol concentrado.

 8ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 4ª, en que dicho alcohol se selecciona del grupo que consiste en los alcoholes alifáticos monovalentes que tienen de 1 a 4 átomos de carbono.

25 9ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 8ª, en que dicho alcohol es etanol.

 10ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 4ª, en que las operaciones (a) y (b) se efectúan a una temperatura de desde 35 a 65°C y la operación
30 (c) se efectúa a una temperatura en o cerca del punto de ebu-

llición de dicho alcohol concentrado.

11ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 4ª, en que dicho alcohol diluido contiene de desde 50 a 70% en peso de etanol.

5
12ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 4ª, en que una miscela enriquecida con carbohidratos y fosfátidos que resulta de la operación (a) es separada de dicho material de semillas y es destilada para separar carbohidratos y fosfátidos desde ella y para producir en calidad de productos destilados dicho alcohol diluido y dicho segundo alcohol concentrado.
10

13ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 4ª, en que un material de semillas procedente de la operación (c) es separado de dicha corriente de alcohol concentrado y dicho material de semillas está desprovisto de disolvente.
15

14ª.- El procedimiento según se define en la reivindicación 13ª, en que el disolvente obtenido de la eliminación de disolvente es devuelto a dicho proceso.

20
15ª.- Un procedimiento para tratar material de semillas oleaginosas para extraer aceite.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan, y con los fines que se han especificado.

25
Esta Memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

03. SET. 1976

P.A.

Fernando de Elzaburu
Por Poder.

