

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

11

21

22

NUMERO

484193

FECHA DE PRESENTACION

AI

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 870.481			32 FECHA 14 de setiembre de 1978			33 PAIS BELGICA		
NOTA: Solicitada a nombre de la firma belga "VANDENOORTELE" quien ha cedido sus derechos prioritarios a la solicitante.								
44 FECHA DE PUBLICIDAD			51 CLASIFICACION INTERNACIONAL <i>e11e 3/10</i>			62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA		
64 TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO PARA LA INTERESTERIFICACION DIRIGIDA DE UN ACEITE TRIGLICERIDO O MEZCLA DE ACEITES"								
71 SOLICITANTE (S) IA Compania organizada bajo las Leyes de Belgica (Sociedad Anonima): "SAFINCO"								
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 13, Prins Albertlaan IZEGEM, Bélgica								
72 INVENTOR (ES) 1.- René DE LATHAUWER, belga. 2.- Martin VAN OPSTAL, belga. 3.- Albert Jan DIJKSTRA, holandés.								
73 TITULAR (ES)								
74 REPRESENTANTE D. Francisco GARCIA CASNERIZO								
S/REF.: V. 345729 IB. 32704 - N/REF.: O.G. 35817/CB								

POOR QUALITY

La invención se refiere a un procedimiento para la interesterificación de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, con lo que se añade un catalizador, que es activo a temperaturas por debajo de 50°C , n. por lo menos, una parte del aceite o mezcla de aceite, y es activado también por debajo de esta temperatura, quedando después la suma total de aceite o mezcla de aceite sujeta a dos fases sucesivas de enfriamiento separadas por una fase de calentamiento, con lo que cada fase de enfriamiento protege el orden de temperatura desde una temperatura por encima del punto de oscurecimiento del aceite o mezcla de aceite, según ha podido encontrarse después de la activación (la referencia denominada punto de oscurecimiento) hasta unos cuantos grados por debajo de este punto de oscurecimiento.

15. El punto de oscurecimiento está generalmente determinado de acuerdo con el bien conocido ensayo del punto de oscurecimiento de la A.O.C.S. "Métodos Oficiales Cc 6-25".

Un procedimiento de este tipo se conoce en la patente norteamericana 2.733.251. De acuerdo con este procedimiento conocido, se añade una aleación de sodio/potasio a los triglicéridos como manteca o aceite de semilla de algodón a una temperatura por debajo de 50°C , como un catalizador activo a baja temperatura. La activación también tiene lugar por debajo de 50°C . Sin embargo, el periodo de tiempo entre el cambio de color del aceite, cuando se eleva la temperatura, y el inicio de la fase de enfriamiento es bastante largo: 2,5 a 12 minutos y para aceites líquidos aparentemente 9 minutos o más. Se indica un posible camino para completar la interesterificación, con lo que después de una bajada de la fase de enfriamiento a una temperatura que cae aparentemente entre el punto

original de oscurecimiento y el observado después de la activación, se introduce una fase de calentamiento, realizándose de este modo una segunda fase de enfriamiento a temperatura igual o ligeramente superior.

5. No obstante, ninguno de los ejemplos dados muestra más de 2,5 a 3 ciclos porque existen únicamente tres fases de alta temperatura (y por lo tanto tres oportunidades para alcanzar el equilibrio químico) y dos fases de baja temperatura al rededor del punto de oscurecimiento alcanzado después de la activación. Además, los ejemplos que muestran más de un ciclo no se refieren a un aceite líquido sino a la manteca. Si los ejemplos dados para la manteca se aplicasen a un aceite líquido, el producto final será todavía líquido a temperatura ambiente.

10. Según este procedimiento conocido, la fase de enfriamiento final únicamente es un poco corta y rápida, mientras que la segunda fase de enfriamiento toma diez veces más y no se da ninguna indicación sobre la proporción de enfriamiento. Tomando en cuenta la creencia generalmente mantenida de que los triglicéridos necesitan tiempo para cristalizar, puede presumirse que las fases subsiguientes de enfriamiento, si las hay, fueron bastantes lentas. Además, la segunda fase de calentamiento tomó también mucho más tiempo porque la interesterificación dirigida, según este procedimiento conocido, lleva mucho tiempo.

25. El procedimiento según la patente holandesa 145.279 ayuda a reducir el tiempo requerido, pero a pesar del hecho de que utiliza un catalizador que es razonablemente activo a baja temperatura, este catalizador es activado inmediatamente después de su adición. La activación puede tener lugar tan

pronto como la temperatura ha descendido por debajo de los 100°C y normalmente ocurre por encima de 60°C . Dicha temperatura de activación elevada puede ir en detrimento de la actividad catalítica adicional de la interesterificación. Por lo tanto, el procedimiento según la patente holandesa 145.279 no está de acuerdo con el tipo anteriormente mencionado. Además, el tiempo requerido para la interesterificación, según el procedimiento de la patente holandesa, es todavía relativamente largo.

10. Según los ejemplos que tratan de los aceites líquidos mencionados en la patente, cada fase de enfriamiento toma entre 30 y 90 minutos y cada fase de calentamiento entre 1 y 4 horas. Además, realizando una comparación entre los ejemplos II y IV revela que el reducir la fase de calentamiento de 4 horas a 1 tiene un efecto desfavorable sobre el contenido de grasa sólida a temperatura ambiente.

La presente invención ayuda a remediar estos inconvenientes y a proporcionar un procedimiento para la interesterificación dirigida de aceites triglicéridos líquidos que es relativamente rápido y que hace posible alcanzar un punto de fusión y un punto de oscurecimiento de contenido de grasa sólida suficientemente elevado, más rápidamente que según los procedimientos ya conocidos.

- Para este fin, el aceite o la mezcla de aceite es, primero de todo, enfriado durante una fase de enfriamiento preliminar desde la temperatura de activación que es mantenida por debajo de 50°C sin permitir que se eleve la temperatura por encima de 50°C , a una temperatura no mayor que un máximo de 42°C por debajo de la temperatura de activación final a una proporción de enfriamiento entre 5°C por segundo y 1°C

- por minuto, hasta que se alcanza la fase de temperatura superior elegida. Subsiguientemente, el aceite o la mezcla de aceites se bombea a través de un cambiador térmico, con lo que el aceite o la mezcla de aceites se enfría a una proporción entre
5. 5°C por segundo y 5°C por minuto, y con un tiempo de residencia en el cambiador térmico inferior a 4 minutos, llegando, - de este modo, a la fase de temperatura más baja del ciclo que es por debajo del punto de oscurecimiento de referencia. Subsiguientemente, se permite que se caliente el aceite hasta --
 10. que se alcanza de nuevo la temperatura de este punto de obs-- curecimiento. En consecuencia, el primer ciclo, según se ha - descrito anteriormente, se inicia cuando se alcanza primera-- mente la fase de temperatura superior, y se termina cuando el punto de oscurecimiento de referencia, alcanzado por segunda
 15. vez, toma como máximo 20 minutos. El primer ciclo es continua-- do subsiguientemente hasta un total de, por lo menos, tres ci-- clos sucesivos, es decir, con un segundo y adicionales ciclos, cuyos ciclos sucesivos comprenden una elevación adicional de - la temperatura (que puede requerir un abastecimiento externo
 20. de calor) desde el punto de oscurecimiento de referencia a -- unos cuantos grados por encima de este punto, un período va-- riable durante el cual se mantiene esta temperatura, seguido de una rápida reducción de la temperatura por debajo del pun-- to de oscurecimiento de referencia, y un incremento en la tem--
 25. peratura hasta que se alcanza de nuevo el punto de obscuraci-- miento de referencia. El periodo de tiempo requerido para el segundo ciclo y los adicionales no excede de 120 minutos. Las fases de enfriamiento del segundo ciclo y los adicionales se - lleva a cabo de nuevo mediante el bombeo de aceite o la mez--
 30. cla de aceite a través del cambiador térmico en el que se en--

fría el aceite o la mezcla de aceite a una proporción entre 5° C por segundo y 5° C por minuto, y con un tiempo de residencia en el cambiador térmico por debajo de 4 minutos.

El uso de altas y bajas temperaturas sucesivas en diversos ciclos era ya un medio conocido de elevación del contenido de grasa sólida en el aceite interesterificado, y de elevar el punto de obscurecimiento y el punto de fusión de estos productos interesterificados. Sin embargo, es sorprendente la activación combinada del catalizador por debajo de 50° C (que permite el uso de, por ejemplo, un catalizador de potasio/sodio sin producirse una degradación apreciable del aceite durante la interesterificación) y un enfriamiento muy rápido de duración corta a relativamente corta.

En una variante del procedimiento según la invención, la duración total de la fase de calentamiento y el mantenimiento de la temperatura superior es menor de 80 minutos.

Naturalmente, esta duración relativamente corta de la fase de calentamiento tiene un efecto favorable sobre la duración total de la interesterificación.

En una variante eficaz del procedimiento según la invención, se añade el catalizador de interesterificación a una temperatura por debajo de 42° C. Otra variante eficaz de la invención se caracteriza por la activación del catalizador de interesterificación a la temperatura a la que se añade.

En una variante económica de la invención, se utiliza una aleación de sodio/potasio como catalizador de interesterificación.

Una variante preferida de la invención emplea también, además del primer ciclo, entre 3 y 7 ciclos sucesivos.

La invención también se aplica a un aceite triglicérid

do o mezcla de aceite interesterificada, según el procedimiento descrito en una de las variantes precedentes.

Serán más aparentes otros detalles y ventajas de la invención a la vista de la descripción que se dará de un procedimiento para la interesterificación dirigida de aceites triglicéridos líquidos y de los aceites interesterificados según esta invención; esta descripción se da únicamente de manera ilustrativa y no limita en modo alguno el alcance de la invención. Los números se refieren a las figuras del anexo.

10. Las figuras 1 a 4 representan diagramas que dan cambios en la temperatura como una función de tiempo para diversas variantes diferentes del procedimiento según la invención.

Los mismos números se refieren a los mismos elementos en los diversos diagramas.

15. El procedimiento, según la invención, está principalmente caracterizado por la adición de un catalizador de interesterificación, que es activo por debajo de 50°C , a un aceite líquido a una temperatura por debajo de 50°C , y por la activación de este catalizador por debajo de 50°C , y el enfriamiento rápido, subsiguiente y repetido del aceite de manera particular por debajo del punto de oscurecimiento encontrado después de la activación y, por supuesto, por el calentamiento entre las fases de enfriamiento a la temperatura de ciclo superior.

25. El aceite a utilizar como materia prima puede ser un aceite líquido o uno de una amplia variedad de mezclas. Puede utilizarse aceite de girasol, aceite de azafrán, aceite de glicina, aceite de semilla de algodón, aceite de maíz, aceite de cacahueta, aceite de semilla de uva, aceite de semilla de pera y otros aceites vegetales o combinaciones de estos aceites.

30.

Son preferidos aceites con un elevado contenido de ácido lípico. Si se desea, pueden ser modificados los aceites mediante la adición de una grasa que puede incluso ser líquida, a fin de elevar la fracción de ácidos grasos saturados de la mezcla de reacción. Los aceites pueden ser también refinados según los procedimientos acostumbrados para eliminar la fracción insaponificable que pudiera obstaculizar el procedimiento.

El catalizador de interesterificación que se va a utilizar debe ser activo a bajas temperaturas y, por lo menos, por debajo de 50°C . Preferiblemente, debe usarse un catalizador que sea líquido a tales temperaturas.

No únicamente la adición, sino también la activación misma tiene que ser llevada a cabo por debajo de 50°C . La activación del catalizador es llevada a cabo preferiblemente entre 42 y 45°C , que puede ser la temperatura de la adición. Catalizadores apropiados son, por ejemplo, aleaciones de sodio/potasio, otras aleaciones de metal alcali o incluso metales alcali puros. El catalizador debe ser dispersado finamente después de la adición al aceite, por ejemplo, mediante homogeneización.

Tienen que ser eliminados el agua y los ácidos grasos, según la práctica habitual, de acuerdo con los requisitos del catalizador. Preferiblemente, el aceite debe contener menos de $0,01$ a $0,02\%$ en peso de agua y menos de $0,02$ a $0,05\%$ en peso de ácidos grasos libres antes de la adición del catalizador. La concentración del catalizador tiene que ser ajustada a cada situación individual pero sumará generalmente de $0,05$ a $0,5\%$ en peso del material de iniciación.

El periodo de tiempo requerido para la activación ten

drá que ser ajustado según el aceite utilizado. Cuando la adición es por debajo de 42°C , este periodo de tiempo puede ser inferior a 2 minutos.

- Inmediatamente después de la activación, que tiene como resultado un ligero incremento de la temperatura, que sin embargo permanece todavía por debajo de 50°C , el aceite es — primeramente enfriado a una fase de temperatura superior, según se ha elegido de antemano: este periodo de enfriamiento es la fase de ajuste. Durante los ciclos subsiguientes, esta temperatura superior no excede nunca de manera apreciable. La fase de ajuste toma generalmente unos cuantos minutos. Puede reducirse a menos de un minuto, es decir, unos cuantos segundos. Durante la fase de ajuste la proporción de enfriamiento es entre 5°C por segundo y 1°C por minuto. Pueden producirse pequeñas variaciones en la temperatura de ciclo elevado más apropiado pero generalmente esta temperatura no irá más allá de 32 a 42°C por debajo de la temperatura final después de la activación. La temperatura de ciclo elevado es escogida de tal modo que los cristales deseados sobreviven y no se disuelven. No obstante, deben disolverse los cristales no deseados que puedan haberse formado.

- Tan pronto como se ha alcanzado la temperatura de ciclo superior se inicia el primer ciclo de una serie que comprende generalmente de 4 a 8 ciclos. Cada ciclo comprende un periodo de tiempo a temperatura superior (cuyo periodo puede variar de un ciclo a otro), un rápido enfriamiento por debajo del punto de oscurecimiento de referencia, y un calentamiento hasta que se haya alcanzado de nuevo este punto de oscurecimiento de referencia. Sin embargo, el ciclo final difiere — completamente de los ciclos subsiguientes.

- Primeramente, el primer ciclo comienza a la temperatura de ciclo superior, mientras que los ciclos subsiguientes comienzan a una temperatura igual al punto de oscurecimiento de referencia. En segundo término, el periodo de tiempo durante el que se mantiene la mezcla de reacción a la temperatura superior puede, en el primer ciclo, ser insignificante o incluso cero. Además, el primer ciclo puede ocasionar, en su arrancada, un enfriamiento rápido adicional desde la temperatura de ciclo superior al punto de oscurecimiento de referencia, y una rápida elevación adicional de la temperatura a la temperatura superior. Con relación al segundo ciclo, debe mencionarse que su tiempo de residencia a temperatura superior puede ser tan corto que su duración total puede estar por debajo de 25 minutos.
15. Durante el primer ciclo, el aceite o la mezcla de aceite se bombea a través del cambiador térmico, para que el aceite se enfríe a una proporción de 5°C por minuto a 5°C por segundo hasta unos cuantos por debajo del punto de oscurecimiento, según se observa después de la activación. La reducción total de la temperatura es generalmente entre 7 y 17°C . El tiempo de residencia normal en el cambiador térmico es entre 2 segundos y 4 minutos. Generalmente, este tiempo de residencia es únicamente de 2 a 120 segundos, o incluso de 2 a 60 segundos. La temperatura más baja en la que el aceite o la mezcla de aceite se enfría de esta manera durante el primer ciclo, es la temperatura de ciclo inferior; esta temperatura se armoniza más o menos durante los ciclos subsiguientes. Se elige la temperatura de ciclo inferior de tal manera que los triglicéridos deseables se separan como cristales. Naturalmente, esta temperatura está por debajo del punto de oscurecimiento

de la mezcla de reacción; dicha temperatura tiene que ser su
ficientemente elevada para limitar la deformación de cristales
no deseados, en la medida que sea posible.

Puede mantenerse el aceite o la mezcla de aceite a la
5. temperatura de ciclo inferior durante algún tiempo, por ejem-
plo hasta que hayan pasado 4 minutos; sin embargo, se ha encon-
trado que esto no da buenos resultados en la mayoría de los ca-
sos.

La cristalización que resulta de la disminución repen-
10. tina de la temperatura produce el calor latente de la cristá-
lización que se va a liberar. Además, se abastece calor exter-
no adicional, dando como resultado una elevación de la tempe-
ratura (bien antes o durante el abastecimiento de calor) y se
alcanza de nuevo el punto de obscuramiento de referencia. Es-
15. te es el final del primer ciclo. La duración total de este
primer ciclo -así desde la temperatura de ciclo superior has-
ta que se alcanza de nuevo el punto de obscuramiento de re-
ferencia después de la fase de enfriamiento- es inferior a 20
minutos, e incluso preferiblemente inferior a 15 minutos, o
20. menos de 1 minuto, si se desea.

Después del primer ciclo, se continúa el calentamiento
cuando sedimenta el segundo recipiente de reacción, o en es-
te recipiente mismo. De esta manera, se alcanza de nuevo la
temperatura de ciclo superior, y la mezcla de reacción se man-
25. tiene a esta temperatura durante un período preferiblemente -
inferior a 60 minutos. Debe tenerse cuidado durante ésta y du-
rante cada fase subsecuente de calentamiento para evitar un
sobrecalentamiento local y para mantener únicamente una peque-
ña diferencia de temperatura entre la mezcla de reacción y el
30. medio de calentamiento. Subsecuentemente, se enfría de nuevo

- la mezcla de reacción a una proporción entre 5°C por minuto y 5°C por segundo hasta por debajo del punto de oscurecimiento de referencia a la temperatura de ciclo inferior anteriormente mencionado. Como resultado de la liberación del calor latente
5. de la cristalización y (si es necesario) al abastecimiento externo del calor, se alcanza de nuevo el punto de oscurecimiento de referencia, terminando, de este modo, el segundo ciclo. El segundo ciclo generalmente es llevado a cabo en un período inferior a 25 minutos. La liberación adicional del calor de la cristalización y, posiblemente, el abastecimiento de calor externo, da lugar a que la mezcla de reacción alcance de nuevo la temperatura de ciclo superior.
- 10.

- La continuación del tercer ciclo, cuya iniciación se ha descrito anteriormente, y de los ciclos subsiguientes, es
15. completamente análoga al segundo ciclo con la diferencia de que el período de tiempo durante el cual se mantiene la temperatura de ciclo superior es generalmente entre 40 y 60 minutos o incluso algo mayor.

- El contenido de grasa sólida, el punto de fusión y el
20. punto actual de oscurecimiento van con cada ciclo, pero a fin de obtener una grasa que no deje fuera el aceite, tiene que llevarse a cabo un número suficiente de ciclos. El período de tiempo durante el cual se mantiene la temperatura de ciclo superior puede diferir de ciclo a ciclo y puede depender
25. de la mezcla de iniciación. De igual modo, puede variar el modo en el que se eleva la temperatura desde el punto de oscurecimiento de referencia a la temperatura de ciclo superior. La combinación de la fase de calentamiento y de la fase de temperatura superior del tercer ciclo y de los subsiguientes,
30. es decir, desde el inicio del ciclo al inicio de la fase de -

- enfriamiento, es inferior a 120 minutos y, por ejemplo, entre 5 y 120 minutos, o preferiblemente menos de 80 minutos, por ejemplo entre 30 y 80 minutos. Prolongando esta fase de calentamiento a 120 minutos o más para uno o más ciclos, difícilmente será de alguna utilidad. La duración total de cada uno de los tres o más ciclos siguientes al primer y al segundo ciclo es inferior a 120 minutos. La duración del segundo ciclo puede ser la misma que la de los ciclos subsiguientes. Generalmente, los ciclos más cortos son al principio, siendo el más corto el primer ciclo. Debe tenerse cuidado especialmente durante el primer ciclo, pero, si se desea, también durante el segundo ciclo, para asegurar una fase corta de temperatura superior, es decir, el periodo de tiempo durante el cual se mantiene el aceite a una temperatura por encima del punto de crecimiento de referencia.

El procedimiento puede ser ejecutado como un procedimiento de una vez o de manera continua. Ni que decir tiene que la operación completa tiene que ser ejecutada mientras no estén la humedad y el aire.

- Preferiblemente, los ciclos son llevados a cabo bajo una capa de nitrógeno. La fase de enfriamiento puede llevarse a cabo según los métodos ya conocidos, por ejemplo con los denominados cambiadores térmicos de superficie raspada; o puede ser llevada a cabo durante la transferencia por bombeo de un recipiente de reacción a otro. En el laboratorio, el enfriamiento puede ser realizado por medio de un tornillo de Arquímedes que gira dentro de un tubo enfriado sumamente forrado. Eligiendo la proporción de rotación del tornillo y su diseño, puede alcanzarse la proporción de enfriamiento. El calentamiento puede también realizarse de acuerdo con métodos conocidos,

- por ejemplo, por medio de agitación que utiliza un agitador de raspado en un recipiente de reacción de termostato y forrado. La fase de enfriamiento se lleva a cabo durante esta transferencia, pero la fase de calentamiento puede también ocurrir -
5. parcial o totalmente durante esta transferencia. Incluso el enfriamiento, durante la fase preliminar de enfriamiento antes del primer ciclo, puede ser durante la transferencia. De hecho, el procedimiento completo de interesterificación dirigida puede ejecutarse mientras se transfiere un aceite o mezcla
10. de aceite que se ha secado y se encuentra a una temperatura por encima de la temperatura de activación. Durante la transferencia la temperatura baja a la temperatura de activación, se añade el catalizador, y la fase preliminar de enfriamiento y los ciclos son realizados. En su lugar, es también posible
15. la transferencia repetida de un recipiente de reacción a otro y viceversa, con lo que, durante la transferencia, se lleva a cabo la fase de enfriamiento y parte o toda la fase de enfriamiento.

- La posibilidad de enfriamiento debe ser mencionada, -
20. incluso antes del primer ciclo e inmediatamente después de la fase preliminar de enfriamiento hasta por debajo del punto de obscurecimiento de referencia, con lo que se alcanza de nuevo el punto de obscurecimiento de referencia como resultado del calor latente de la cristalización y un posible abastecimiento
25. externo de calor.

- Esto tiene como resultado un primer ciclo muy corto - que puede incluso ser inferior a un minuto. Esta variante de procedimiento puede llevar, en algunos casos, a resultados perfeccionados. Presumiblemente, la proporción de enfriamiento
30. determina el modo de cristalización durante la interesterifi-

cación. De cualquier modo, una elevada proporción de enfria-
 miento lleva a un valioso ahorro de tiempo para alcanzar el -
 contenido de grasa sólida final del aceite, tanto respecto al
 tiempo total de enfriamiento como en relación al tiempo total
 5. de calentamiento. Este ahorro de tiempo puede, incluso, en --
 la mayoría de los casos, ser incrementado por la adición bien
 conocida de cristales. Tales cristales que se van a usar pue-
 den ser varias mezclas triglicéridas o triglicéridos puros e
 incluso formas específicas de cristal. La adición puede ser -
 10. en una o varias fases, pero preferiblemente durante la fase --
 de temperatura superior de los ciclos. Si se desea así, los -
 cristales pueden ser dispersados entre su adición y la fase -
 de enfriamiento a fin de obtener un resultado perfeccionado.

El método según la invención será ahora ilustrado me-
 15. diante los siguientes ejemplos. La determinación del conteo, --
 do de grasa sólida de las mezclas triglicéridas obtenidas por
 interesterificación dirigida se hizo de acuerdo con el método
 descrito en J.A.O.C.S., 48 página 7 (1971) por A. J. Waighton,
 L.F. Vermaas y O. van Hollander; el punto de reblanqueamiento
 20. según A.O.C.S. método Cc 3-25 y el punto de oscurecimiento --
 según se ha mencionado anteriormente A.O.C.S. método Cc 6-25.

Ejemplo I

Una muestra de 1,5 Kg de aceite de girasol se refinó
 de acuerdo con los métodos usuales a un contenido de ácido --
 25. graso libre de 0,03% en peso y un contenido de agua residual
 de 0,007% en peso. La composición de ácido graso según expre-
 sada en ésteres de metilo de tanto por ciento en peso fué:

30.

continúa en hoja siguiente .../...

	C 10	0.01	C 18	4.61
	C 12	0.01	C 18 ⁻	25.25
	C 14	0.06	C 18 ⁻	61.51
	C 15	6.47	C 20	0.39
5.	C 16 ⁻	0.09	C 18/20 ⁻	0.72
	C 17	0.01	C 22	0.79
	C 16 ⁻	0.05	C 24	0.03

- En un recipiente de reacción previamente secado, se añadió una cantidad de 0,4% en peso de una aleación de sodio/potasio (50/50 por peso) al aceite, y se homogeneizó a una emulsión firme. Se da la temperatura de esta mezcla de reacción en la figura 1, donde el punto 1 indica el punto de adición del catalizador. Como resultado de un cuidadoso abastecimiento de calor, se aproxima a la temperatura de activación.
15. A aproximadamente 42°C, la mezcla de reacción cambia de color que es el punto cuando comienza la activación; esto se ha indicado en la figura 1 por el punto 2. El abastecimiento externo de calor termina ahora, pero la reacción de activación da lugar a una pequeña elevación de la temperatura a 45°C, alcanzando, de este modo, el punto 3 de la figura 1. La duración total de la adición y la activación del catalizador es alrededor de 4 minutos, de los cuales el tiempo actual a una temperatura por encima de 42°C es únicamente de 2 minutos.

- La temperatura en el recipiente de reacción se reduce ahora a la temperatura de ciclo superior de 10°C. La fase de enfriamiento resultante preliminar toma 8 minutos para alcanzar 10°C correspondiente al punto 4 de la figura 1. La temperatura de ciclo superior se indica por una línea que tiene la referencia 5. El enfriamiento preliminar mencionado anteriormente es continuado inmediatamente durante 14 segundos a una
- 30.

proporción de 1°C por segundo; ésto es el comienzo del primer ciclo. La fase de enfriamiento se realiza mediante el bombeo de la mezcla de reacción por medio de un tornillo de Arquímedes que gira en un tubo enfriado sumamente forrado desde el -

5. primer recipiente de reacción a un segundo recipiente de reacción previa y cuidadosamente secado relleno de nitrógeno. -

El punto de obscurecimiento de referencia, según se ha definido anteriormente, ha sido indicado en la figura 1 por el punto 6. En este caso particular fue a -1.2°C . La interesterificación no dirigida, según los métodos conocidos, hubiera llevado a un punto de obscurecimiento de 40.5°C que utiliza el mismo aceite de girasol refinado del mismo modo.

10.

Sin embargo, el enfriamiento rápido no es parado en el punto de obscurecimiento, sino a una temperatura de 3.8°C

15. por debajo de este punto de obscurecimiento, así a -5°C , a cuya temperatura, los triglicéridos, según se desee, se cristalizan a un grado suficiente. En el punto de obscurecimiento 6, tiene lugar el cambio de sistema de la fase de temperatura superior a la fase de temperatura inferior. El final de la fase de enfriamiento se ha indicado por el punto 7 de la figura 1. Esta temperatura más baja es la temperatura de ciclo inferior. Esta temperatura de ciclo inferior no se mantiene, pero en su lugar comienza el calentamiento inmediatamente durante la - -

20. transferencia por bombeo. Continúa el calentamiento, con lo que se alcanza de nuevo la temperatura del punto de obscurecimiento de referencia (-1.2°C); ésto termina el primer ciclo -

indicado en la figura 1 por el punto 8. El primer ciclo tardó así 1 minuto para las partículas grasas individuales, contando desde la temperatura superior, pasado el punto de obscurecimiento de referencia, e incluyendo la elevación de la tempe

25.

30.

ratura hasta que se alcanza de nuevo el punto de oscurecimiento de referencia.

- El segundo ciclo comienza cuando se excede la temperatura de -1.2°C . Durante la transferencia por bombeo, se libera el calor latente de la cristalización. En un periodo de tiempo relativamente corto, es decir, menos de 1 minuto, la mezcla de reacción alcanza una temperatura de $2-4^{\circ}\text{C}$ sin abastecimiento externo de calor. El aceite se encuentra ahora en una fase, según representado por el punto 9 de la figura 1.
5. La temperatura de $2-4^{\circ}\text{C}$ en el segundo recipiente de reacción se mantiene hasta que el aceite ha sido transferido completamente a este recipiente de reacción, lo que toma alrededor de 10 minutos. El punto extremo de transferencia se indica en el punto 10 de la figura 1. El aceite es así calentado desde
10. aproximadamente 4°C a la temperatura de ciclo superior de 10°C durante un periodo de aproximadamente 5 minutos. El final de la fase de calentamiento se indica en el punto 11 de la figura 1. El aceite es mantenido a esta temperatura durante un periodo de 55 minutos, enfriándose después de nuevo la
15. mezcla de reacción muy rápidamente a la misma proporción de enfriamiento que durante el primer ciclo, es decir, a 1°C por segundo, hasta que se alcanza la temperatura de ciclo inferior, según se ha definido anteriormente. La caída de temperatura se realiza bombeando el aceite a través de un cambia-
20. dor térmico tubular de retorno al primer recipiente de reacción. El punto de iniciación y terminación de esta fase de enfriamiento rápido se ha indicado en la figura 1 por los puntos 12 y 13, respectivamente. Subsiguientemente, se permite de nuevo que el aceite, mientras está siendo todavía transferi-
25. do por la bomba, se vuelva a calentar por la liberación del ca-
- 30.

lor latente de la cristalización, hasta que se alcanza de nuevo el punto de oscurecimiento de referencia de -1.2°C (punto 14 de la figura 1), en cuyo punto termina el segundo ciclo y comienza el tercero. Así, el segundo ciclo tomó alrededor de

5. 70 minutos totalmente y, de este modo, ejemplifica un largo ciclo.

El tercer ciclo y los subsiguientes se ejecutan de manera análoga al segundo ciclo. En total, se ejecutan 5 ciclos además del primer y corto ciclo. La duración total de la interesterificación suma unas 6 horas, incluyendo la fase preliminar de enfriamiento del primer ciclo.

10. restesterificación suma unas 6 horas, incluyendo la fase preliminar de enfriamiento del primer ciclo.

Inmediatamente después de la última transferencia, se añaden 9 partes de dióxido de carbono sólido y 9 partes de hielo, según se ha calculado en el nivel del catalizador, a una mezcla de reacción, a fin de desactivar el catalizador, después de lo cual se agita vigorosamente la mezcla de reacción a baja temperatura para asegurar la completa descomposición del catalizador. Otros métodos conocidos de descomposición del catalizador pueden, por supuesto, utilizarse. La eliminación de jabón mediante el lavado y secado del producto así obtenido se realiza también por métodos conocidos. La composición de ácido graso del producto es virtualmente idéntica a la que fue anterior a la interesterificación dirigida. Los resultados se dan en la tabla A.

15. una mezcla de reacción, a fin de desactivar el catalizador, después de lo cual se agita vigorosamente la mezcla de reacción a baja temperatura para asegurar la completa descomposición del catalizador. Otros métodos conocidos de descomposición del catalizador pueden, por supuesto, utilizarse. La eliminación de jabón mediante el lavado y secado del producto así obtenido se realiza también por métodos conocidos. La composición de ácido graso del producto es virtualmente idéntica a la que fue anterior a la interesterificación dirigida. Los resultados se dan en la tabla A.

20. así obtenido se realiza también por métodos conocidos. La composición de ácido graso del producto es virtualmente idéntica a la que fue anterior a la interesterificación dirigida. Los resultados se dan en la tabla A.

25. Para la determinación del punto de oscurecimiento de referencia anteriormente mencionado de -1.2°C , se sometió una muestra a las mismas condiciones de descomposición y purificación antes de la determinación del punto de oscurecimiento, según el método indicado anteriormente.

30. Para realizar una comparación con el ejemplo I, se in

teresterificó el mismo aceite de girasol con el mismo catalizador, enfriando la mezcla de reacción a -5°C durante 30 minutos, y manteniéndola subsiguientemente a 10°C durante 4 horas y repitiendo el ciclo anteriormente mencionado un período total de 24 horas.

Se determinó el contenido de grasa sólida de la mezcla interesterificada dirigida según el método dado en J.A.O.C.S. 48 página 7, 1971, como se ha mencionado antes. El punto de obscurecimiento de la mezcla casualmente interesterificada se determinó según el método de punto de obscurecimiento del "método oficial Co 6-25" de A.O.C.S., y el punto de reblandecimiento se determinó de acuerdo con el "método Co 3-25" de A.O.C.S.

En la figura 2, la temperatura, como una función de tiempo, se ha representado gráficamente por una variante del procedimiento dado en el ejemplo I.

Al comienzo del primer ciclo, se aplica más o menos un enfriamiento rápido adicional $4-4^*$ al punto de obscurecimiento de referencia seguido de una rápida elevación de la temperatura 4^*-4^{**} hasta la temperatura de ciclo superior; subsiguientemente, sigue una fase de enfriamiento, según el procedimiento descrito en el ejemplo I, desde la temperatura de ciclo superior a la temperatura de ciclo inferior ($4^{**}-7$). En lugar de enfriarse directamente desde el punto 4 de la figura 2 al punto 7, el perfil de la temperatura incluye los puntos 4^* y 4^{**} .

Ejemplo II

Se repite el ejemplo I con aceite de girasol, del que se ha eliminado la parte residual insaponificable y la parte de los diglicéridos, por lo que únicamente toman parte en la

reacción los triglicéridos. El tiempo de activación fué únicamente de un minuto.

Ejemplo III

- Se repite el procedimiento según el ejemplo I, utilizando el mismo aceite de girasol, pero la duración total se incrementa a 9 horas, elevando el número de ciclos. Los resultados demuestran que es posible alcanzar un contenido de grasa sólida mayor que el conseguido hasta más de 24 horas, siendo aún una cantidad de tiempo aceptable. Es evidente la ventaja de contenido de grasa sólida a aproximadamente temperatura ambiente (20 a 25°C).

Ejemplo IV

- Se repite una vez más el procedimiento según el ejemplo I, pero ahora se incrementa la duración total a 12 horas, elevando el número de ciclos. Según resulta evidente a la vista de los resultados, ésto lleva incluso a un valor deseable del contenido de grasa sólida a 30°C.

Ejemplo V

- Se repite el ejemplo I utilizando como material de partida una mezcla de 95% en peso de un aceite de girasol con un elevado contenido de ácido linoleico y 5% en peso de una mezcla casualmente esterificada de 70% en peso del mismo aceite de girasol y 30% de aceite de girasol totalmente endurecido; ésto llevó a un incremento del contenido de ácido graso saturado mediante 1.35% en peso en el aceite de girasol. La composición de ácido graso de este material de partida fué:

	C 12	0.02
	C 14	0.07
	C 14 ⁻	0.01
	C 16	5.99
5.	C 16 ⁻	0.05
	C 17	0.04
	C 16 ⁻	0.01
	C 18	6.33
	C 18 ⁻	14.98
10.	C 18 ⁻	71.48
	C 20	0.24
	C 18/20 ⁻	0.13
	C 22	0.65

El punto de oscurecimiento de referencia de esta mezcla de reacción fue 1.0°C y la temperatura elegida para los ciclos fue $+9.0^{\circ}\text{C}$ y -4.8°C .

La activación de la interesterificación dirigida fue 30 segundos y la fase preliminar de enfriamiento tardó 10 minutos. El primer ciclo tardó 90 segundos y los ciclos subsiguientes alrededor de 70 minutos. Después de 7 horas de interesterificación dirigida, se termina la reacción mezclando energicamente la mezcla de reacción con agua de 10°C que ha sido acidificada con H_2PO_4 .

Subsiguientemente, se añadió una disolución de sosa caustica, y el aceite fue lavado, secado y limpiado al vapor.

El producto resultante de la interesterificación dirigida tuvo una idéntica composición de ácido graso al material de partida.

Los resultados determinados según se ha descrito en el ejemplo I quedan resumidos en la Tabla A. Tales resultados

- indican una grasa que, debido a su contenido graso sólido, su resistencia a la transpiración del aceite y su sabor es eminentemente apropiado para la fabricación de una margarina dietética. Exhibe una gama de ácidos grasos poliinsaturados a ácidos grasos saturados de 5.3.

TABLA A

Contenido de grasa sólida (% en peso)

Temperatura (°C)	Ej. I	Comparación	Ej. II	Ej. III	Ej. IV	Ej. V	
10.	5	7.5	7.7	-	8.9	7.8	13.2
	10	6.7	6.5	6.7	7.4	6.7	11.3
	15	6.5	4.5	6.6	6.9	6.5	9.4
	20	5.1	3.8	5.1	6.5	6.7	8.5
	25	3.9	3.5	4.0	5.5	5.7	7.1
15.	30	3.1	2.4	3.8	4.7	5.3	6.1
	35	1.4	2.5	1.8	3.1	3.5	4.4
	40	0.4	2.1	1.0	2.1	2.8	2.7
	45	0.0	-	0.7	1.5	2.0	1.2
		Ej. I	Comparación	Ej. II	Ej. III	Ej. IV	Ej. V
20.	Punto de fusión (°C)	33.8	-	34.1	34.5	34.1	32.5
	Punto de oscurecimiento (°C)	25.5	18.5	25.8	26.5	27.0	25.6

25. Ejemplos VI y VII

El procedimiento según el ejemplo I se aplica a aceite de azufre refinado con la siguiente composición de ácido graso:

30.

continúa en hoja siguiente

	C 12	0.10	C 18	2.78
	C 14	0.01	C 18 ⁻	16.75
	C 14 ⁻	0.01	C 18 ⁻	70.99
	C 16	7.03	C 20	0.45
5.	C 16 ⁻	0.11	C 18/20 ⁻	1.15
	C 17	0.04	C 22	0.33
	C 16 ⁻	0.02	C 22 ⁻	0.12

El punto de obscurecimiento después de la activación fue -6.5°C . Este punto de obscurecimiento fue utilizado como temperatura de referencia de los ciclos de temperatura. La temperatura superior elegida fue $+5^{\circ}\text{C}$ y la temperatura inferior fue -9°C . Después de la interesterificación causal, el punto de obscurecimiento fue -4°C .

Durante cada ciclo, el enfriamiento de la temperatura de ciclo superior a la temperatura de ciclo inferior fue muy rápido, a saber, 2°C por segundo y de este modo tomó únicamente 7 segundos. La fase de calentamiento total del segundo ciclo y de los subsiguientes fue de 55 minutos. De otro modo, los ciclos siguieron el perfil, según se da en la figura I.

Después de 6 horas, se tomó una muestra de la mezcla de reacción (Ejemplo VI) y después de 12 horas se terminó la interesterificación. Después de 6 horas, así como después de 12 horas, quedó virtualmente sin cambios la composición de ácido graso del producto refinado. Los resultados obtenidos han sido resumidos en la Tabla B.

TABLA B

Contenido de grasa sólida (% en peso)

Temperatura °C	Ej. VI	Ej. VII
10	4.0	5.2
5. 15	4.1	5.1
20	2.5	3.5
25	2.5	4.7
30	3.7	3.3
35	0.5	1.4
10. 40	1.7	0.2
45	0.0	0.4
Punto de fusión	18.0	28.5
Punto de obscurecimiento	15.5	20.7

15. Ejemplo VIII

El procedimiento según el ejemplo I se aplica ahora a un aceite de maíz refinado con un elevado valor de yodo y la siguiente composición de ácido graso:

	C 12	0.03	C 18	2.05
20.	C 14	0.01	C 18 ⁻	25.79
	C 14 ⁻	0.01	C 18 ⁻	58.84
	C 16	10.97	C 20	0.48
	C 16 ⁻	0.16	C 18/20 ⁻	1.40
	C 16 ⁻	0.03		
25.	C 17	0.07	C 22	0.15

La cantidad de catalizador fué 0.5% en peso con relación al aceite y la composición de catalizador fué 60% en peso de potasio y 40% en peso de sodio.

El perfil de la temperatura del ejemplo VII se representa en la figura 3. Después de la activación el punto de ob

obscurecimiento fué de -1.8°C . Se eligió la temperatura de ciclo superior a $+10^{\circ}\text{C}$ y la temperatura de ciclo inferior a -5°C . El periodo preliminar de enfriamiento toma 8 minutos. El enfriamiento corto y rápido desde la temperatura de ciclo superior a la temperatura de ciclo inferior, según representado en la figura 3 por 4-7 o 12-13, tarda 7 segundos a una proporción de 2°C por segundo. El primer ciclo comienza inmediatamente después de que el enfriamiento baja a la temperatura de ciclo superior y para las partículas grasas individuales tarda aproximadamente 50 segundos. La transferencia por bombeo desde el primer al segundo recipiente de reacción toma alrededor de 8 minutos. La fase de calentamiento total desde el punto de obscurecimiento, según obtenido después de la activación, toma aproximadamente 70 minutos, excepto para el primer ciclo. El punto de obscurecimiento después de la interesterificación casual, según observado en el mismo aceite de maíz, fue 0.0°C .

La activación tomó 30 segundos, y el procedimiento completo de interesterificación, comprendiendo 1 ciclo corto y 5 largos, tomó 6 horas. Los resultados obtenidos han sido resumidos en la Tabla C dada a continuación. Después de que la grasa así obtenida hubo sido refinada, fué aminentemente apropiada como el único componente graso de una margarina la cual, después de la cristalización, se caracterizó por una transpiración insignificante de aceite, después de un almacenamiento prolongado a 25°C .

La Tabla C muestra también los resultados obtenidos en un experimento comparativo que no utiliza el procedimiento según la presente invención. En este experimento, se enfrió despacio el mismo aceite de maíz a una proporción de 1.5°C a

-5°C, y se mantuvo a -5°C durante 20 minutos y se calentó a -10°C, a cuya temperatura se mantuvo el aceite durante 1 hora; este ciclo se repitió durante más de 6 horas.

5. El procedimiento según el ejemplo VII produjo un aceite interesterificado dirigido con la misma composición de ácido graso que antes de su interesterificación.

Ejemplo IX

Se repite el procedimiento según el ejemplo VIII con un aceite de maíz de bajo valor de yodo con la siguiente composición de ácido graso:

10.	C 12	0.05	C 18 ^m	35.99
	C 14	0.01	C 18 ^m	46.45
	C 16	12.84	C 20	0.60
	C 16 ^m	0.19	C 18 ^m /20 ^m	1.28
15.	C 17	0.08	C 20 ^m isom	0.08
	C 16 ^m	0.04	C 22	0.11
	C 18	2.26		

20. Las temperaturas de ciclo superior e inferior fueron 12°C y -3°C respectivamente. El periodo de activación fue 1 minuto. El punto de oscurecimiento fue después de la activación -0.6°C, y después de la interesterificación causal de una muestra del mismo aceite de maíz +1.3°C. La interesterificación se terminó después de 6 horas. Los resultados obtenidos han sido resumidos en la tabla C. La grasa así obtenida pudo ser utilizada como el único componente graso de una margarina y no transpiró aceite después de un prolongado almacenamiento a 25°C.

Ejemplo X

30. Se repite el procedimiento según el ejemplo VIII utilizando el mismo aceite de maíz con un elevado valor de yodo, con la diferencia de que se añadió el 0.5% de los cristales -

- antes de la primera fase de enfriamiento rápido; estos cristales consisten principalmente en una mezcla de cristales SSU y SUS, según obtenidos durante la interesterificación dirigida, como se ha descrito en el ejemplo IX. La reacción se terminó también después de 6 horas. Los resultados se han resumido en la Tabla C. El producto final fue eminentemente apropiado como el único componente graso de la margarina y se caracterizó — por la falta de transpiración de aceite después de 8 semanas de almacenamiento a 25°C.
10. El incremento de los ácidos grasos saturados como resultado de la simiente está aparentemente dentro de los límites del error analítico standard de los análisis de ácido graso.

Ejemplo XI

15. Se repite el procedimiento según el ejemplo VIII con el mismo aceite de maíz, con un elevado valor de yodo, pero — la primera fase de enfriamiento rápido se ejecuta en 30 segundos, es decir, a una proporción de 0.5°C por segundo. El enfriamiento en la segunda fase se lleva a cabo en 2 minutos y en enfriamiento en los ciclos subsiguientes en 3 minutos, es decir, a una proporción de enfriamiento de 5°C por minuto. El tiempo total de calentamiento del segundo ciclo fue 2.5 minutos y de cada uno de los ciclos subsiguientes de 90 minutos. El perfil de temperatura de este procedimiento se ha indicado en la figura 4.
- 20.
- 25.

El producto final tuvo un contenido graso sólido que era todavía aceptable, pero menos favorable que el obtenido — según los procedimientos de los ejemplos anteriores.

TABLA C

Contenido de grasa sólida (% en peso)

Temperatura (°C)	Ej.VIII	Comparación	Ej.IX	Ej. X	Ej.XI	
5.	0	13.1	8.9	13.9	14.8	11.8
	5.	12.9	6.1	12.2	13.1	9.3
	10	10.3	3.5	9.9	11.2	7.5
	15.	8.9	2.6	8.2	9.0	5.7
	20	7.2	1.6	6.4	8.0	5.1
10.	25	6.4	1.9	4.9	5.9	4.2
	30	4.8	2.2	4.1	5.2	3.5
	35	3.7	1.7	2.5	4.1	2.6
	40	2.2	1.5	0.7	1.2	1.0
15.	Punto de fusión °C	< 32.5	10	33.5	34.3	31.5
	Punto de obsolescencia °C	21.5	4.8	27.5	25.5	21.5

Ejemplo XII

- Una cantidad de 70 litros del mismo aceite de maíz, según descrito en el ejemplo VIII, quedó sujeta a una interresificación dirigida en los recipientes de reacción de 100 - litros de capacidad, exactamente como en el ejemplo VIII, excepto para el equipo de enfriamiento. Para el enfriamiento se utilizó un cambiador térmico raspado del tipo comúnmente utilizado en la producción de margarina. La proporción de enfriamiento y su duración se eligió como en el ejemplo VIII, como lo fueron los otros elementos del procedimiento. Se confeccionó una margarina de la manera usual a partir de 20 kg de la grasa así obtenida, 82% de grasa y 18% de agua. A continuación se dan sus propiedades:

- 1) Valores de dilatación:
- | | | |
|----|------|-----------------------------|
| | 5°C | 220 (mm ³ /25 g) |
| | 10°C | 210 |
| | 20°C | 155 |
| 5. | 25°C | 120 |
| | 30°C | 100 |
| | 35°C | 45 |
- 2) Contenido de ácidos grasos esenciales: 58.87% en peso en la fase de grasa.
10. Contenido de ácidos grasos saturados: 13.76% en peso en la fase de grasa.
- 3) Valores de dureza (según determinado de acuerdo con el método de WAIGHTON, J.A.O.C.S., 36, 345-8 1959):
- | | | |
|-----|------|-----|
| | 5°C | 195 |
| 15. | 10°C | 170 |
| | 15°C | 150 |
| | 20°C | 105 |
| | 25°C | 80 |

- Los valores son similares a los valores de dureza usual de las margarinas dietéticas comerciales que contienen 10% de grasa totalmente saturada o incluso sobrepasan estos valores.

Ejemplo XIII

- En los recipientes de reacción de 100 l de capacidad, se sometió una cantidad de 70 l a una interesterificación dirigida, según el procedimiento del ejemplo III utilizando una temperatura inferior de acuerdo con el ejemplo XII, pero por otra parte la proporción de enfriamiento y la duración de enfriamiento según el ejemplo III, del que se han derivado también los elementos del otro procedimiento.

Se hizo una margarina que contenía 82% de grasa y 18% de agua de manera similar al ejemplo XII, utilizando 20 kg de este aceite de girasol directamente interesterificado.

Las propiedades son:

- 5. 1) Valores de dilatación a:

5°C	185 (mm ³ /25 g)
10°C	172
20°C	105
25°C	87
10. 30°C	65
35°C	28
- 2) Contenido de ácidos grasos esenciales: 61.56% en peso en la fase de grasa.
- 3) Valores de dureza (según determinado de acuerdo con el método de Waighton, J.A.O.C.S. 36, 345-8, 1959):

5°C	136
10°C	100
15°C	87
20°C	63
20. 25°C	49

Sometiendo la mezcla de reacción alternativamente a calentamiento y enfriamiento, el punto de oscurecimiento, el punto de fusión y el contenido de grasa sólida se incrementan, como ya es conocido. Sin embargo, el problema es que los productos mencionados inicialmente tienen un bajo contenido de ácidos grasos saturados, incluso si están algo enriquecidos; en la práctica, este contenido no es mayor que 9.5 a 16%. Además, estos ácidos grasos saturados están, en el caso de aceites naturales, distribuidos de tal manera que no favorecen la formación de ninguna consistencia en la preparación, donde es

- te es aconsejable. De hecho, los ácidos grasos saturados ocurren principalmente en triglicéridos mono-saturados. Su elevado contenido de ácido linoleico, por otra parte, hace a estos productos altamente apropiados para el procedimiento según la invención, dando el último fin de obtención de margarinas que son ricas en ácido linoleico.

- La activación del catalizador a baja temperatura en combinación con el enfriamiento rápido y corto permite un gran ahorro de tiempo en la interesterificación, a pesar del hecho de que el progreso se muestra al principio en comparación con los procedimientos que emplean una temperatura de activación más elevada, y de este modo, una rápida interesterificación causal. Los factores mencionados permiten una considerable disminución del tiempo de calentamiento para cada ciclo, con el resultado de que después de una duración total de la interesterificación dirigida, que es considerablemente más corta, se obtiene un producto final que exhibe propiedades aún no igualadas y ello a partir de aceites líquidos ricos en ácido linoleico o aceites líquidos que han sido ligeramente enriquecidos con grasa sólida.

- El procedimiento según la invención tiene como resultado un enorme ahorro de tiempo y una menor demanda de frigoríficos. En muchos casos, se obtiene una mejor consistencia que la que es posible con los procedimientos consumidores de tiempo ya conocidos. En la mayoría de los casos, el procedimiento llevó a una marcada disminución en la transpiración de aceite a temperatura ambiente que es muy difícil de realizar si los aceites mencionados son utilizados como material de partida.

- Esta invención no queda en modo alguno limitada a los

métodos de ejecución descritos anteriormente y dentro de los amplios términos de la descripción pueden introducirse muchas modificaciones por ejemplo en relación con la composición de los aceites, su naturaleza, el tipo de enriquecimiento de grasa y las temperaturas usadas. En particular, la activación no requiere, necesariamente, tener lugar en la cantidad total de aceite o mezcla de aceite. Una parte puede ser activada y mezclada con el resto.

Las realizaciones de la invención en la que se reivindica una propiedad o privilegio exclusivo, se definen de la manera siguiente.

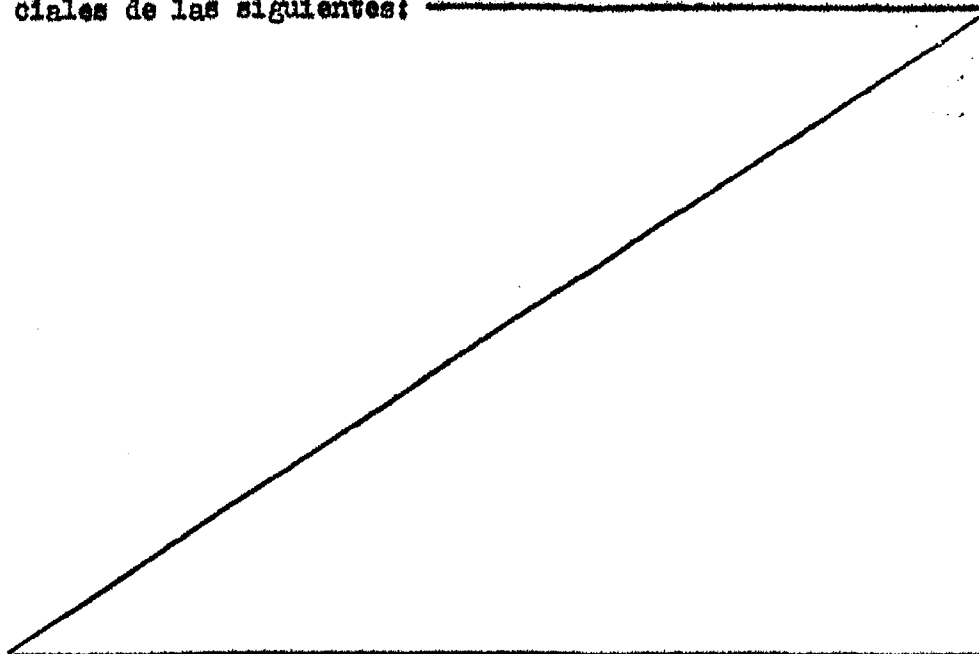
N O T A

La Patente de Invención, que se solicita por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA INTERESTERIFICACION DIRIGIDA DE UN ACEITE TRIGLICERIDO O MEZCLA DE ACEITE", con prioridad de la solicitud de Patente en Bélgica nº 870.481 de fecha 14 de setiembre de 1978, según las características esenciales de las siguientes:

20.

25.

30.



REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite que comprende:
- la adición de un catalizador de interesterificación, que es
5. activo a temperaturas por debajo de 50°C , a, por lo menos, una parte del aceite o mezcla de aceite a una temperatura por debajo de 50°C
- la activación de este catalizador por debajo de esta temperatura
10. - someter la cantidad total de aceite o mezcla de aceite a, por lo menos, dos fases de enfriamiento subsiguientes separadas por una fase de calentamiento, con lo que durante el enfriamiento la temperatura baja, desde por encima del punto de oscurecimiento, según alcanzado después de la activación,
15. (el denominado punto de oscurecimiento de referencia), a unos cuantos grados por debajo de este punto de oscurecimiento,
- en el que el aceite o la mezcla de aceite se baja en temperatura a partir de la temperatura de activación del catalizador
20. que está por debajo de 50°C sin exceder nunca 50°C a una temperatura que está como máximo 42°C por debajo de la temperatura final alcanzada después de la activación, primero de todo durante una fase preliminar de enfriamiento, con lo cual se enfría a una proporción de 5°C por segundo a 1°C por minuto,
25. después de lo cual se alcanza la temperatura de ciclo superior elegida, bombeándose después el aceite o la mezcla de aceite a través de un cambiador térmico en el que se enfría el aceite o la mezcla de aceite a una proporción de 5°C por segundo a 5°C por minuto, y con un tiempo de residencia en el cambiador térmico que no excede de 4 minutos hasta que se alcan-
- 30.

- za la temperatura de ciclo inferior que está por debajo del punto de obscurecimiento de referencia, permitiendo después elevarse la temperatura hasta que se alcanza de nuevo este punto de obscurecimiento de referencia, con lo que la duración total del primer ciclo (que se inicia cuando se alcanza la temperatura de ciclo superior y cuando se alcanza de nuevo el punto de obscurecimiento de referencia) es inferior a 20 minutos, este primer ciclo es seguido después por, al menos, tres ciclos subsiguientes, a saber, un segundo ciclo y subsiguientes, comprendiendo cada ciclo subsiguiente una elevación de la temperatura parcialmente como resultado del abastecimiento externo de calor desde el punto de obscurecimiento de referencia a unos cuantos grados por encima de él, y un mantenimiento posiblemente variable de esta temperatura, y una disminución rápida subsiguiente de la temperatura por debajo del punto de obscurecimiento de referencia, y una elevación de la temperatura hasta que se alcanza de nuevo el punto de obscurecimiento de referencia, con lo que el segundo ciclo y los subsiguientes toman 120 minutos o menos, y con lo que el enfriamiento del segundo ciclo y de los subsiguientes se lleva a cabo mediante el bombeo del aceite o la mezcla de aceite a través de un cambiador térmico, en el que el aceite es bajado en temperatura a una proporción entre 5°C por segundo y 5°C por minuto, con un tiempo de residencia en el cambiador térmico inferior a 4 minutos.

2.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceites, según la reivindicación anterior, en el que la duración combinada de la fase de calentamiento y el mantenimiento de la temperatura de ciclo superior del segundo ciclo y de los subsiguientes toma

menos de 80 minutos.

3.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la duración total del procedimiento de interesterificación dirigida es inferior a 12 horas,

4.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se añade el catalizador a una temperatura por debajo de 42°C.

5.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el catalizador es activado a la temperatura a la que se añade al aceite o la mezcla de aceite.

6.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la adición de sodio/potasio es utilizada como catalizador de interesterificación.

7.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la activación del catalizador toma menos de 5 minutos.

8.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en adición al primer ciclo se realiza un número de ciclos subsiguientes, entre 2 y 6 en total.

9.- Procedimiento para la interesterificación dirigida

da de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tiempo de residencia por término medio en el cambiador térmico durante el enfriamiento es entre 2 segundos y 4 minutos.

5. 10.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tiempo de residencia por término medio en el cambiador térmico, durante el enfriamiento, es inferior a 120 segundos para cada ciclo, excepto para el primero.

15. 11.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la extensión de enfriamiento durante la fase preliminar de enfriamiento es, por lo menos, 25°C por debajo de la temperatura final alcanzada después de la activación.

20. 12.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el aceite o la mezcla de aceite se mantiene a temperatura elevada durante un cierto periodo de tiempo en el curso de la fase de calentamiento del segundo ciclo y de los subsiguientes.

25. 13.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el calentamiento en el segundo ciclo y en los subsiguientes es exacto a la temperatura de ciclo superior.

30. 14.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el en-

friamiento en el segundo ciclo y en los subsiguientes, es -- exacto a la temperatura de ciclo inferior.

5. 15.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la duración total del segundo ciclo es inferior a 25 minutos.

10. 16.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el primer ciclo toma un periodo de tiempo situado entre 1 y 20 minutos.

15. 17.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que los cristales consisten en una fracción sólida derivada de una previa interesterificación dirigida de aceites líquidos o de una mezcla casualmente interesterificada de un aceite líquido y grasa totalmente endurecida.

20. 18.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el aceite o la mezcla de aceite es enriquecido antes de la activación con una grasa que es relativamente rica en ácidos grasos saturados o una mezcla de reacción casualmente interesterificada resultante de una grasa totalmente endurecida y de un --
25. aceite.

30. 19.- Procedimiento para la interesterificación dirigida de un aceite triglicérido o mezcla de aceite, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que, como material de partida, se usa un aceite del grupo de aceites --

formado por aceite de maiz, aceite de girasol y aceite de azafrán o por la mezcla de los mismos.

20.- "PROCEDIMIENTO PARA LA INTERESTERILIZACION DIRIGIDA DE UN ACEITE TRIGLICERIDO O MEZCLA DE ACEITE".

5. Según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de treinta y ocho hojas escritas a máquina por una sola cara y acompañada de dibujos.

Madrid, 4 SEP. 1979

"SAPINCO"

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERO
P. P.

Firma: M. Dolores Jorquera

10.

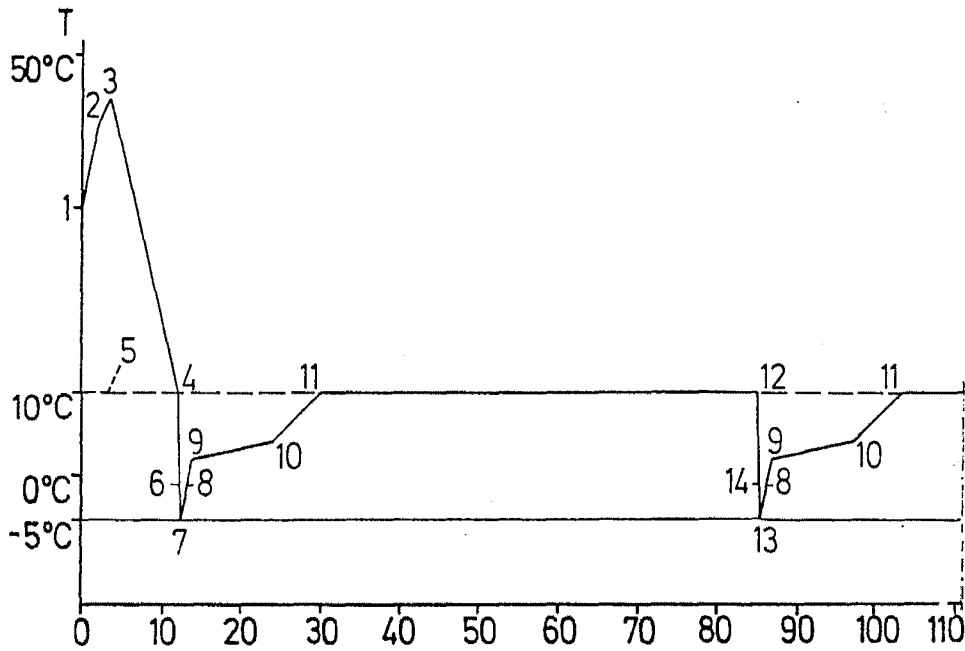


Fig. 1

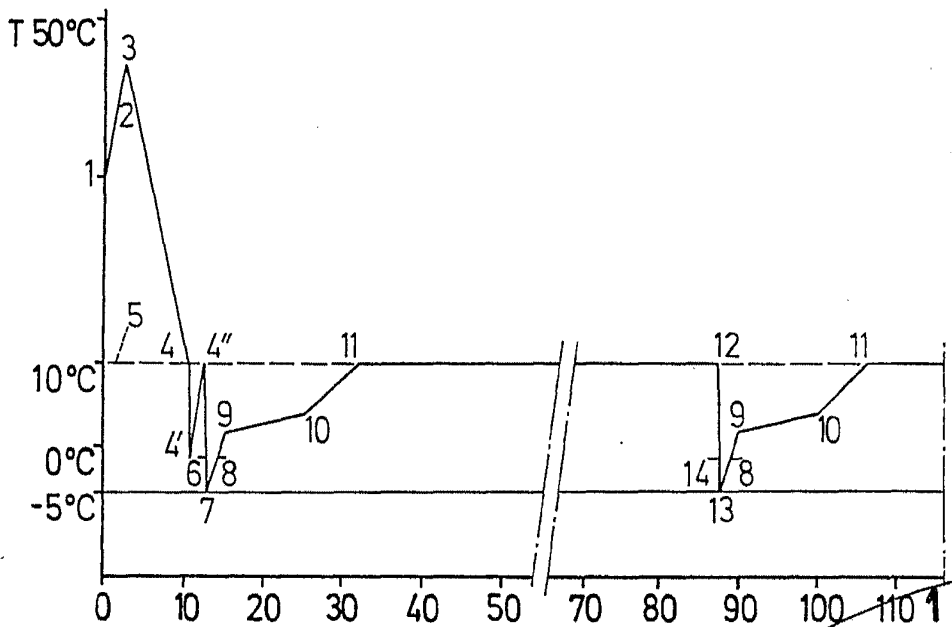


Fig. 2

14 SEP. 1979

Madrid

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera

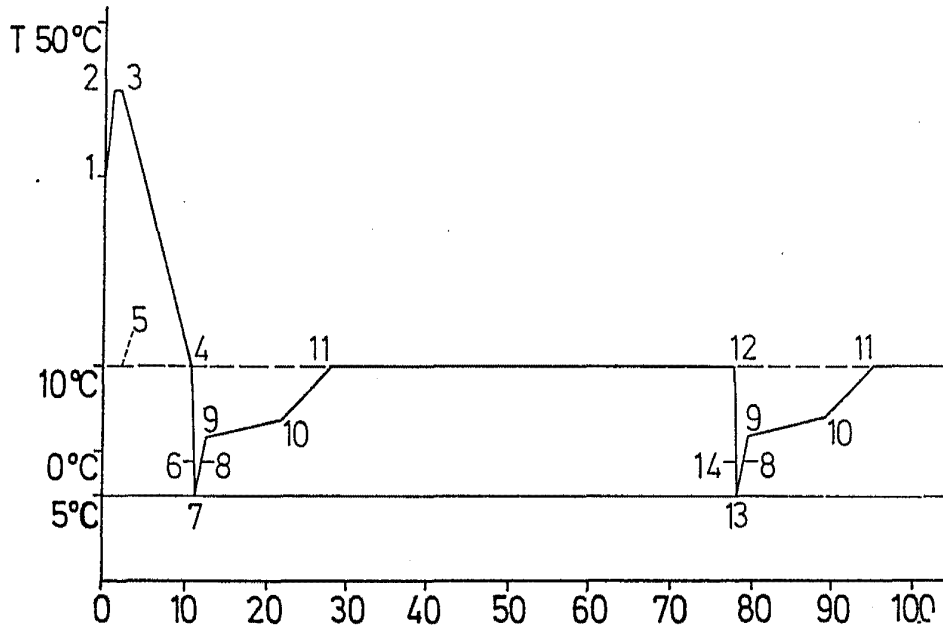


Fig. 3

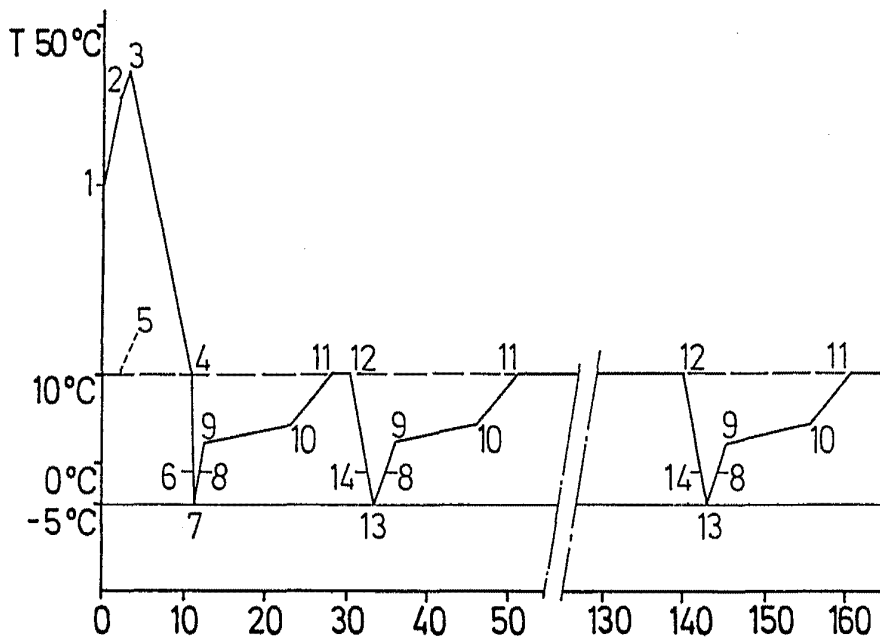


Fig. 4

M. 14 SEP. 1979

P.P.

FRANCISCO GARCIA GABRIEL
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera