

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 546 903**

51 Int. Cl.:

**C11B 1/10** (2006.01)

**C11B 13/00** (2006.01)

**C12P 7/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.02.2012 E 12706961 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.07.2015 EP 2688994**

54 Título: **Aditivos químicos y su uso en operaciones de procesamiento de vinazas**

30 Prioridad:

**21.03.2011 US 201161454634 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**29.09.2015**

73 Titular/es:

**SOLENIS TECHNOLOGIES CAYMAN, L.P.  
(100.0%)  
Rheinweg 11  
8200 Schaffhausen, CH**

72 Inventor/es:

**SHEPPARD, PAUL W.;  
PANKONEN, MCCORD y  
GROSS, JEFFREY T.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 546 903 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

### Descripción

Aditivos químicos y su uso en operaciones de procesamiento de vinazas

#### Campo de la invención

Esta invención se refiere a un método para recuperar aceite en la producción de etanol procedente del maíz.

#### 5 Antecedentes de la invención

Existen dos tipos de procesamientos del maíz para producir etanol, la molienda en húmedo y la molienda en seco. La principal diferencia entre los dos procesos es la manera en que éstos tratan inicialmente el grano. En la molienda en húmedo, el grano de maíz se sumerge en agua, y luego se separa para su procesamiento en la primera etapa. La molienda en seco, la cual es más común, requiere un procedimiento diferente.

10 El proceso de molienda en seco de maíz utilizado en la producción de etanol es bien conocido. Por ejemplo, véase, "*Corn Milling, Processing and Generation of Co-Products*", de Kelly S. Davis, Minnesota Nutrition Conference, Technical Symposium, 11 de Septiembre de 2001. Las plantas de etanol tratan típicamente la vinaza entera procedente de la columna de cerveza a través de centrifugación para producir una torta húmeda y una vinaza fluida, y posteriormente tratan la corriente de vinaza fluida someténdola a una evaporación de efecto múltiple para producir un aumento de los sólidos y recuperar el destilado para uso de retorno en este proceso (Figura 1). A medida que aumentan los sólidos, la vinaza fluida se denomina jarabe (véase, la Figura 1). El jarabe se combina típicamente con la torta húmeda o granos secos de destilería y se vende como alimento para animales. Estos procedimientos son bien conocidos en la industria y, en general, se emplean en el diseño de plantas en la industria.

20 Haciendo un esfuerzo para beneficiarse de las corrientes de coproductos, muchas plantas han añadido procesos para separar aceite en los que la vinaza fluida (jarabe) se somete a procesos, tales como centrifugación o extracción, para separar aceite de maíz del jarabe. Por ejemplo, la aplicación de centrifugación para la separación de aceite de maíz del jarabe se usa ampliamente en la industria del combustible etanol. Aunque la producción teórica de aceite por fanega de maíz procesado es de 0,73 kg (1,6 libras) por fanega, muchas de las instalaciones comerciales se quedan cortas. Así pues, aún existe la necesidad de mejorar el proceso para maximizar la producción de aceite de proceso.

Recientemente, se ha realizado un esfuerzo dirigido a aumentar el modelo de valor del proceso de producción de etanol procedente del maíz, extrayendo el aceite del subproducto de la vinaza fluida. Cantrell et al., en la solicitud patente de EE.UU. n.º 7.602,858 B2 describe un método mecánico para separar el aceite de la vinaza fluida concentrada, denominado "jarabe", usando una centrifuga de discos. Randhava et al., en la solicitud patente de EE.UU. n.º 2008/0176298 A1 describe el uso de un disolvente de acetato de alquilo para la extracción de aceite de maíz en un proceso de producción de etanol. Scheimann et al., en la solicitud patente de EE.UU. n.º 2007210007 describe el uso de aditivos poliméricos en la separación de aceite, etc., a partir de las corrientes de vinaza que se derivan de residuos para la producción de etanol de una alimentación de maíz.

35 Aunque las referencias de la técnica anterior son eficaces, existe aún la oportunidad de mejorar el procedimiento de extracción de aceite, para así maximizar adicionalmente el valor comercial del procedimiento. De particular interés son las tecnologías que no requieren la adopción de gastos de capital para implementar una nueva solución mecánica y/o un significativo cambio de proceso, tal como el uso de un disolvente de extracción que requiere reciclado.

#### Compendio de la invención

40 La presente invención describe un método que comprende la etapa de añadir un aditivo químico para mejorar la separación del aceite de las corrientes de proceso (vinaza entera y/o, vinaza fluida y/o jarabe) generadas como un subproducto de la producción de etanol procedente del maíz. El método se puede usar, bien en un proceso de molienda en húmedo o en un proceso de molienda en seco. Preferiblemente, el método se emplea en un proceso de molienda en seco. El método implica tratar cualquiera de las corrientes de proceso aguas abajo de la operación de destilación de etanol procedente del maíz, con un aditivo químico que mejora la separación mecánica del aceite de dichas corrientes.

Un aspecto de la invención es la aplicación de un aditivo químico a la vinaza fluida o jarabe, antes de la centrifuga de separación del aceite, para aumentar la producción de aceite. Esto podría comprender uno, o una combinación de, puntos de adición en el funcionamiento de la unidad de la vinaza fluida, tal como: 1) en la entrada a los tanques de pre-mezcla o de retención de calor, 2) las entradas y/o salidas de uno o más de los evaporadores, y/o 3) justo antes de la entrada a la centrifuga.

Otro aspecto de la invención, es la aplicación del aditivo químico a la corriente de vinaza entera antes de la separación de la torta húmeda de la vinaza fluida. Un buen punto de mezclamiento, tal como la entrada a la bomba, es preferido.

Preferiblemente, el aditivo químico es un material que se considera seguro puesto que no comprende el potencial uso final del grano de destilería seco resultante (DDG, del inglés dry distiller grain) como carga de alimentación.

Algunas de las realizaciones de la invención proporcionan un beneficio de producir un aceite más limpio (de alta calidad) al minimizar los sólidos en suspensión y/o contenido en agua del aceite resultante.

- 5 Algunas de las realizaciones de la invención proporcionan un beneficio al mantenimiento de la centrífuga, en la manera de materiales depositados reducidos disminuyendo así la necesidad de interrupciones y limpiezas, así como permitiendo la extensión del tiempo entre purgas retroactivas que llevan a una producción aumentada y un menor tiempo de parada. Esto proporciona adicionalmente el valor de una limpieza más sencilla y fácil de la centrífuga durante las interrupciones.
- 10 Algunas de las realizaciones de la invención proporcionan un beneficio al mantenimiento de los evaporadores en la manera de materiales depositados reducidos, disminuyendo la frecuencia y complejidad de las limpiezas, menores tiempos de parada, reduciendo así los costes.

### Breve descripción de las figuras

- 15 La Figura 1: es una visión genérica parcial representativa de la producción de etanol procedente del maíz, en la que se indican los puntos de adición preferidos para el aditivo químico: a la vinaza completa antes de la separación en torta húmeda y vinaza fluida, en o cerca de la entrada de la centrífuga 1, punto 1; en o cerca de la entrada del evaporador, punto 2; directamente en el o los evaporadores, punto 3; a un punto antes o en la entrada de la centrífuga de aceite, centrífuga 2, punto 4.

### Descripción detallada de la invención

- 20 La presente invención se refiere a un método que se puede aplicar a la operación de procesamiento de la vinaza entera, vinaza fluida o jarabe, empleando preferiblemente un procedimiento de molienda en seco, para proporcionar un aumento de la producción de aceite.

- 25 La presente invención describe un método para recuperar aceite de la producción de etanol procedente del maíz, comprendiendo el método la etapa de añadir al menos un aditivo químico a una corriente de proceso en donde el al menos un aditivo químico comprende un poliol funcionalizado derivado de un sorbitol, un sorbitano, o isosorbida.

- 30 Un aspecto del método comprende la aplicación de aditivo químico a la corriente de proceso de vinaza fluida y/o concentrado de jarabe antes de la etapa de separación del aceite. Preferiblemente, la separación del aceite del jarabe concentrado se logra por operación mecánica, tal como una membrana o centrífuga. Lo más preferiblemente, la separación se logra usando una centrífuga, tal como una centrífuga de discos o tricanter horizontal. También se pueden usar otros separadores mecánicos en la presente invención que incluyen, pero no se limitan a, limpiadores centrífugos reversos.

Un segundo aspecto del método comprende la aplicación de un aditivo químico a la vinaza entera antes de la separación en vinaza fluida y torta húmeda.

- 35 El aditivo químico se puede añadir en diferentes puntos del sistema de separación. Los puntos de adición del aditivo químico a la vinaza entera antes de la separación en torta húmeda y vinaza fluida, incluyen, pero no se limitan a, un punto después de la bomba de alimentación centrífuga de aceite pero antes de la entrada de la centrífuga, un punto después de los evaporadores y antes de la bomba que alimenta la centrífuga, y un punto después del depósito de alimentación de jarabe y antes de la centrífuga. En general, el depósito de alimentación de jarabe se localiza después de los evaporadores y antes de la centrífuga.

- 40 La Figura 1, es una visión genérica parcial representativa de la producción de etanol procedente del maíz. En general, en el proceso para producir etanol a partir de maíz, tras un número de diferentes etapas de trituración y fermentación, el maíz se convierte en un material que se denomina "cerveza". La cerveza se procesa a través de un proceso de destilación para separar el etanol crudo del subproducto de vinaza (entero) espeso. La vinaza espesa se somete a un proceso de centrifugación de separación de sólidos para producir grano húmedo de destilería y vinaza fluida. A continuación, la vinaza fluida se procesa típicamente a través de un número de unidades de evaporación para producir el jarabe concentrado. Este jarabe puede luego procesarse adicionalmente, por ejemplo, mediante centrifugación de separación de aceite, para separar el aceite del jarabe. El jarabe remanente se combina luego típicamente con el grano húmedo de destilería, luego se seca, para producir el grano seco de destilería (DDG). El aditivo químico de la presente invención, se añade típicamente a la corriente de proceso en diferentes puntos durante el proceso de separación. Algunos puntos de adición preferidos se muestran en la Figura 1. Los puntos de adición incluyen la corriente de proceso de la vinaza entera antes de la separación en torta húmeda y vinaza fluida, la corriente de proceso en o cerca de la entrada de la centrífuga o después de la centrífuga de separación de sólidos. El aditivo químico se puede añadir, antes o en la entrada y/o salida de uno más de los evaporadores de vinaza fluida, en los evaporadores, al jarabe justo antes de la centrífuga de separación del aceite y/o a la entrada de los depósitos de premezcla o de retención de calor. Las áreas en el proceso donde se carga típicamente el aditivo químico, se designan mediante un área entre llaves (“{ . . . }”) en el diagrama.
- 55

Los aditivos químicos útiles en la presente invención, son los que proporcionan un aumento en la producción de aceite si se añaden al procesamiento de la vinaza entera, antes de la separación de la torta húmeda o a la vinaza fluida antes de la operación de separación del aceite. La aplicación de los aditivos químicos podría comprender uno o más puntos de adición dentro de la operación de la unidad de procesamiento de la vinaza fluida. Preferiblemente, los aditivos químicos se aplican al jarabe resultante de la concentración de la vinaza fluida en un evaporador.

Una clase de aditivo químico útil en la presente invención son los polioles funcionalizados derivados de sorbitol, isosorbida o un sorbitano, incluyendo 1,4-sorbitano. Los aditivos químicos preferidos son los polioles funcionalizados que comprenden monoalquilatos de sorbitano alcoxilados, dialquilatos de sorbitano alcoxilados, trialquilatos de sorbitano alcoxilados y mezclas de los mismos. Preferiblemente, los alquilatos alcoxilados de sorbitano tienen una longitud de cadena alquímica de aproximadamente 6 a aproximadamente 24 átomos de carbonos, preferiblemente de aproximadamente 8 a aproximadamente 18 átomos de carbonos, preferiblemente los alquilatos de sorbitano alcoxilados son ésteres alcoxilados de sorbitano. El alquilato alcoxilado de sorbitano es alcoxilado preferiblemente con aproximadamente 5 a aproximadamente 100 moles de óxido de alquilo, preferiblemente de 5 a 60 moles, preferiblemente de 10 a 30 moles, lo más preferiblemente de 12 a 30, los alquilatos de sorbitano alcoxilados son ésteres alcoxilados de sorbitano. Los óxidos de alquilo preferidos son óxido de etileno y óxido de propileno o una combinación de los mismos. El alquilato alcoxilado de sorbitano preferido es monolaurato de sorbitano, monooleato de sorbitano, monopalmitato de sorbitano o monoestearato de sorbitano que han sido alcoxilados con menos de 50 moles de óxido de etileno u óxido de propileno o una combinación de los mismos. Los alquilatos alcoxilados de sorbitano más preferidos son monolaurato de sorbitano, monooleato de sorbitano, monopalmitato de sorbitano o monostearato de sorbitano que han sido alcoxilados con aproximadamente 10 moles a aproximadamente 30 moles de óxido de etileno u óxido de propileno o una combinación de los mismos, preferiblemente los alquilatos de sorbitano alcoxilados son ésteres alcoxilados de sorbitano. Los alquilatos alcoxilados de sorbitano más preferidos son monolaurato de sorbitano, monooleato de sorbitano, monopalmitato de sorbitano o monostearato de sorbitano que han sido alcoxilados con aproximadamente 12 moles a aproximadamente 25 moles de óxido de etileno u óxido de propileno o una combinación de los mismos, preferiblemente los alquilatos de sorbitano alcoxilados son ésteres alcoxilados de sorbitano. Particularmente preferidos son monolaurato de sorbitano, monooleato de sorbitano, monopalmitato de sorbitano o monostearato de sorbitano que han sido alcoxilados con aproximadamente 20 moles de óxido de etileno u óxido de propileno o una combinación de los mismos. Una preferencia adicional es para las composiciones / calidades de esta clase de materiales que son, o se podrían, clasificar y reconocer como seguros, de manera que no comprenden el potencial uso final del grano seco de destilería resultante como una carga de alimentación.

Las clases de aditivos químicos que piden ser útiles en la presente solicitud son ésteres alcoxilados de sorbitano, alcoholes grasos alcoxilados, ácidos grasos alcoxilados, alcoxilatos sulfonados, compuestos de alquil amonio cuaternario, compuestos de alquil amina, etoxilatos de alquil fenol y mezclas de los mismos. Clases adicionales de aditivos químicos que pueden ser útiles para esta invención incluyen, sales de ácidos grasos (sodio, amonio o potasio) y tensioactivos de silicona de bajo peso molecular. La porción de alcoxilato de las clases anteriores de aditivos químicos puede ser cualquier mezcla de óxido de etileno y óxido de propileno añadida en forma de bloque o aleatoria a la molécula base. Los más preferidos son los ésteres alcoxilados de sorbitano.

El aditivo químico puede ser una combinación de materiales como se describió antes. Múltiples polioles funcionalizados derivados de un sorbitol, isosorbida, y/o sorbitano, incluyendo, 1,4-sorbitano, y que se pueden mezclar entre sí y usar como aditivo químico para la presente invención. Otros aditivos que pueden ser útiles en conjunción con los polioles funcionalizados incluyen triglicéridos, tal como aceite vegetal; mezclas líquidas que contienen hasta 5% en peso de sílice hidrófoba; y ceras de elevado punto de fusión (superior a 60°C). Estos aditivos son bien conocidos en la industria de antiespumantes. Los aceites vegetales incluyen, pero no se limitan a, aceite de semilla de soja, de canola y de maíz. El triglicérido o las mezclas líquidas que contienen hasta 5% en peso de sílice hidrófoba o la cera de elevado punto de fusión se pueden añadir en una cantidad de 1 a 100% en peso, basado en el peso del aditivo químico.

El aditivo químico se puede añadir a la corriente de proceso (vinaza entera, vinaza fluida o jarabe) en una cantidad de 50 a 5.000 ppm basado en el peso de la corriente de proceso, o de 100 a 5.000 ppm o de 200 a 2.500 ppm, preferiblemente de 300 a 1.300 ppm, de 500 a 1.100 ppm, de 500 a 800 ppm. El aditivo químico añadido a la corriente de proceso (vinaza entera, vinaza fluida o jarabe) en una cantidad de al menos 50 ppm, preferiblemente de al menos 100 ppm, más preferiblemente de al menos 200 ppm, más preferiblemente de al menos 300, Preferiblemente, la cantidad de aditivo químico es inferior a 10.000 ppm, inferior a 5.000 ppm, inferior a 2.500 ppm, inferior a 1.500 ppm, o inferior a 1.000 ppm.

Estos compuestos químicos se pueden aplicar a intervalos normales de temperaturas y de pH presentes en una variedad de corrientes de proceso típicas de operaciones comerciales. Por ejemplo, según, pero no limitado por, las enseñanzas de Cantrell et al., en la solicitud de patente de EE.UU. n.º 7.602.858 B2 una composición preferida del jarabe, resultante de la concentración de vinaza fluida, para la separación centrífuga del aceite tiene una temperatura entre 66-100°C (150-212°F), pH entre 3-6, y un contenido de humedad superior a 15% e inferior a 90% en peso.

El aditivo químico se puede calentar y aplicar a la corriente de proceso (vinaza entera, vinaza fluida o jarabe) en un intervalo de temperaturas de 18°C a 100°C, preferiblemente de 25°C de 85°C, más preferiblemente de 30°C a 80°C. En algunas realizaciones cuando se añade el aditivo calentado a la corriente de proceso se observó una mejora en la separación del aceite en comparación con el uso de aditivo químico a 18,3°C (65°F).

- 5 Un impacto negativo del procesamiento del jarabe a temperaturas elevadas para mejorar la producción de aceite, por ejemplo, a temperaturas superiores a 90 ó 96°C (195° ó 205°F) dependiendo del proceso, es que da como resultado la decoloración del jarabe que imparte una apariencia negativa al grano seco de destilería (DDG) y disminuye el valor de este material. Las elevadas temperaturas de procesamiento pueden aumentar el color del aceite propiamente dicho. Como tal, un beneficio añadido de la invención es la capacidad de aumentar la producción de aceite a temperaturas de procesamiento inferiores y mitigar el potencial del jarabe procesado a que afecte negativamente la apariencia y el valor del DDG y el aceite. El reducir las temperaturas de procesamiento también lleva a un ahorro de energía en su conjunto.

**Ejemplos**

Ejemplo 1

- 15 Se añadió PTV M-5309 de Ashland, un éster monolaurato de sorbitano etoxilado (20 moles) en dosis de 611 ppm en la tubería de alimentación del jarabe sobre el lado de la entrada de la bomba que alimenta una centrífuga de discos en una unidad mid-West de producción de etanol procedente del maíz, para producir aproximadamente un aumento del 29% de aceite de maíz (de aproximadamente 1,7 gpm antes del tratamiento a aproximadamente 2,2 gpm después del tratamiento). Además, el contenido de sólidos en suspensión de una alícuota de 50 ml del aceite aislado después de la centrifugación en el laboratorio se observó que cayó a ~4 ml a ~1 ml después del tratamiento.

25 La Tabla 1, resume una respuesta de dosis para los ensayos de 4 horas, y un resultado de un ensayo de 5 días, realizados a diferentes intervalos de tiempo en este sitio. La cantidad mencionada de PTV M-5309 de Ashland es en base al producto con respecto a la alimentación del jarabe. Para los ensayos de 4 horas, el resultado dado a conocer constituye la velocidad de producción del aceite después de que se haya equilibrado el sistema con respecto a la velocidad de producción sin tratamiento (0 ppm) al inicio del ensayo. Para el ensayo de 5 días, el resultado constituye la velocidad media de producción durante ese período de tiempo con respecto a la velocidad de producción sin tratamiento (0 ppm) al inicio del ensayo.

Tabla 1

Duración del ensayo	PTV M-5309 ppm	Producción de aceite litros/min (gal/min)	Aumento de la producción de aceite %
4 horas	0	4,61 (1,22)	---
	467	5,41 (1,43)	17%
	861	6,13 (1,62)	33%
	1242	6,20 (1,64)	34%
4 horas	0	6,43 (1,7)	---
	375	7,57 (2,0)	18%
	611	8,32 (2,2)	29%
	847	8,32 (2,2)	29%
	1242	8,32 (2,2)	29%
5-Días	0	1,89 (0,5)	---
	680	5,67(1,5)	200%

Ejemplo 2

- 30 Este ensayo de campo examinó la diferencia entre añadir 680 ppm de PTV M-5309 de Ashland, un éster de sorbitano alcoxilado, a la corriente de jarabe en una unidad mid-West de producción de etanol procedente del maíz en diferentes puntos de adición. Uno de los puntos de adición era el lado de entrada de la bomba que alimenta una centrífuga de discos como en el Ejemplo 1. El otro punto de adición examinado estaba después de la bomba y

directamente en la entrada de la centrífuga de discos. Con respecto a la velocidad de producción diaria de aceite sin tratar justo antes del ensayo, se midió un aumento de la producción de aceite diaria de aproximadamente 15% y 17% después de tratamiento, respectivamente.

Ejemplo 3

5 Este ensayo de campo fue similar al Ejemplo 1, excepto que se añadieron 690 ppm de PTV M-5309 de Ashland a la corriente de jarabe en una unidad mid-West de producción de etanol procedente del maíz en el lado de la entrada de la bomba que alimenta una centrífuga horizontal tricanter. Tras el tratamiento, se observó que la velocidad de producción de aceite aumentó en aproximadamente 45% con respecto a la velocidad de producción sin tratamiento al inicio del ensayo.

10 Ejemplo 4

Este ensayo de campo examinó el efecto de la temperatura sobre el comportamiento del aditivo químico. Se añadió PTV M-5309 de Ashland, a una temperatura de 18,3°C (65°F), justo antes de una centrífuga de extracción de aceite para producir aceite a una velocidad de 8,70 litros (2,3 galones) por minuto. A continuación, se calentó el PTV M-5309 de Ashland a una temperatura de 48,9°C (120°F) y se añadió justo antes de una centrífuga de extracción de aceite para producir aceite a una velocidad de 10,22 litros (2,7 galones) por minuto. La mayor temperatura del aditivo químico aumentó la recuperación de aceite en 17%.

Ejemplo 5

20 Se añadió PTV M-5309 de Ashland en dosis de 980 ppm en la tubería de alimentación de jarabe sobre el lado de la entrada de la bomba que alimenta una centrífuga de discos en una unidad mid-West de producción de etanol procedente del maíz para producir aceite de maíz de aproximadamente 5,47 gpm. En un segunda fase de ensayo, se añadió PTV M-5309 de Ashland en dosis de 490 ppm en la tubería de alimentación de jarabe junto con 490 ppm de Nofoam 7077 (SSC industries, East Punto, Ga) para proporcionar una producción de aceite de maíz de 5,76 gpm. Esto corresponde a un incremento del 5% de la producción de aceite.

Ejemplo 6

25 Este experimento de laboratorio examinó el efecto de la longitud de la cadena alquílica sobre la eficacia del producto. Se sometieron a ensayo diversos ésteres alcoxilados de sorbitano. La porción etoxilada del producto se mantuvo a 20 moles. Se sometieron a ensayo productos con diferentes cadenas alquílica, láurica, palmítica, esteárica y oleica mediante la adición de 0,03 gramos de aditivo a 100 ml de jarabe de maíz a 85°C (185°F), seguido de 0,5 minutos de mezclamiento intensivo. Se transfirieron 10 ml de cada muestra a un tubo centrífugo y, a continuación, se centrifugó durante 10 minutos a 3.000 rpm. Se determinó la cantidad de aceite midiendo la altura de la capa de aceite en el tubo centrífugo.

Tabla 2

Longitud de cadena de ácido graso	Aceite (mm)
Láurica C12	5
Palmítica C16	6
Esteárica C18	5
Oleica C18:1	5

Como se puede ver en la Tabla 2, se observó un comportamiento comparable en las diversas longitudes de cadena sometidas a ensayo.

35 Ejemplo 7

Este experimento de laboratorio examinó el efecto de la insaturación en la cadena alquílica sobre sobre la eficacia del producto. Se sometieron a ensayo diversos ésteres alcoxilados de sorbitano. La porción etoxilada del producto se mantuvo en 20 moles. Los productos sometidos a ensayo se prepararon a partir de ácidos esteárico y oleico. Los ensayos se ejecutaron a 0,12 gm, 0,15 gm y 0,18 gm de aditivo por 100 ml de jarabe de maíz a 85°C (185°F), seguido de 0,5 minutos de mezclamiento intensivo. Se transfirieron 10 ml de cada muestra a un tubo centrífugo y, a continuación, se centrifugó durante 10 minutos a 3.000 rpm. Se determinó la cantidad de aceite midiendo la altura de la capa de aceite en la parte superior del tubo centrífugo.

Tabla 3

Longitud de cadena de ácido graso	Dosis de 0,12 gm de aceite recuperado (mm)	Dosis de 0,15 gm de aceite recuperado (mm)	Dosis de 0,18 gm de aceite recuperado (mm)
Esteárica C18	4	5	6
Oleica C18:1	3	4	4

Como se puede ver en la Tabla 3, el rendimiento mejorado del producto de cadena saturada.

Ejemplo 8

- 5 Este estudio examinó la eficacia de los aditivos químicos sobre la vinaza entera usando el método del Ejemplo 5. Se añadió PTV M-5309 a la vinaza entera antes de la centrifuga de torta húmeda en una planta comercial para producir etanol procedente del maíz. Se recogieron muestras de la vinaza fluida que salía de la centrifuga. Las muestras de vinaza fluida se sometieron a centrifugación de laboratorio. Los resultados, a continuación, muestran que la adición del producto a la vinaza entera mejora la separación del aceite.

Tabla 4

Número de muestra	ppm de producto añadido	aceite de descripción en el tubo centrifugo
Línea basal	0	No aceite visible
1	340	Algunas gotas de aceite – sin capa diferenciada
2	630	capa diferenciada de aceite presente
3	883	Capa de aceite presente

10 Ejemplo 9

- 15 Este experimento de laboratorio examinó el efecto de combinar diversos polisorbitanos sobre la separación de aceite. Se sometieron a ensayo diversos ésteres alcoxilados de sorbitano. La tabla, a continuación, muestra las diversas combinaciones de ésteres alcoxilados de sorbitano. En cada ejemplo, se añadieron 0,18 gramos de material combinado a 100 ml de jarabe de maíz a 85°C (185°F), seguido de 0,5 minutos de mezclamiento intensivo. Se transfirieron 10 ml de cada muestra a un tubo centrifugo y, a continuación, se centrifugó durante 10 minutos a 3.000 rpm. Se determinó la cantidad de aceite midiendo la altura de la capa de aceite en la parte superior del tubo centrifugo.

Monooleato de polisorbitano (5 moles de óxido de etileno): psmo5

Monooleato de polisorbitano (20 moles de óxido de etileno): psmo20

- 20 Monolaurato de polisorbitano (20 moles de óxido de etileno): psml20

Monoestearato de polisorbitano (20 moles de óxido de etileno): psms20

Tabla 5

Muestra	Mezcla	Liberación de aceite (mm)
1	100% psmo5	0
2	45/55 psml20/psmo5	2
3	80/20 psmo20/psmo5	3
4	75/25 psml20/psmo5	3,5
5	89/11 psml20/psmo5	4

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para recuperar aceite de la producción de etanol procedente del maíz, comprendiendo el método la etapa de añadir al menos un aditivo químico a una corriente de proceso, en donde el al menos un aditivo químico comprende un poliol funcionalizado derivado de un sorbitol, un sorbitano, o isosorbida.
- 5 2. El método según la reivindicación 1, en donde el poliol funcionalizado se deriva de 1,4 sorbitano o isosorbida.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, en donde el poliol funcionalizado comprende un alquilato de sorbitano alcoxilado.
4. El método según la reivindicación 3, en donde la longitud de cadena del alquilato es de 6 a 24 átomos de carbono, preferiblemente de 8 a 18 átomos de carbono.
- 10 5. El método según la reivindicación 3 o 4, en donde el alquilato de sorbitano alcoxilado ha sido alcoxilado con 5 a 60 moles de óxido de alquilo, preferiblemente con 10 a 30 moles de óxido de alquilo.
6. El método según las reivindicaciones 3 a 5, en donde el óxido de alquilo se selecciona de óxido de etileno, óxido de propileno o mezclas de los mismos.
- 15 7. El método según las reivindicaciones 3 a 6, en donde el alquilato de sorbitano alcoxilado comprende un monolaurato o monooleato de sorbitano que ha sido alcoxilado con aproximadamente 10 a aproximadamente 30 moles de alcoxilato, en donde el alcoxilato se selecciona de óxido de etileno, óxido de propileno y mezclas de los mismos.
- 20 8. El método según las reivindicaciones 3 a 7, en donde el alquilato de sorbitano alcoxilado comprende un monolaurato de sorbitano, monooleato de sorbitano, monopalmitato de sorbitano o monoestearato de sorbitano que ha sido alcoxilado con aproximadamente 12 a aproximadamente 25 moles de alcoxilato, en donde el alcoxilato se selecciona de óxido de etileno, óxido de propileno o mezclas de los mismos.
9. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la cantidad de aditivo químico añadido es de 300 a 1.300 ppm, preferiblemente de 500 a 1.100 ppm, basado en el peso de la corriente de proceso.
- 25 10. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde aditivo químico añadido se calienta a al menos 30°C antes de añadirlo a la corriente de proceso.
11. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además la etapa de añadir un triglicérido a la corriente de proceso.
12. El método según la reivindicación 11, en donde la cantidad de triglicérido es de 1 a 100% en peso, basado en el peso del aditivo químico.
- 30 13. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el aditivo químico se calienta antes de añadirlo a la corriente de proceso, preferiblemente a una temperatura entre 25°C y 85°C.
14. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el punto de adición en la corriente de proceso se selecciona de la corriente de proceso de la vinaza entera antes de retirar la torta húmeda, la corriente de proceso de la vinaza fluida en la entrada y/o salida de uno o más de los evaporadores, en el evaporador, en la entrada de los depósitos de premezcla o de retención de calor, al jarabe justo antes de la centrifuga de separación del aceite o cualquier combinación de los mismos.
- 35 15. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además la etapa de añadir un aditivo de proceso adicional, en donde el aditivo de proceso adicional se selecciona del grupo que consiste en mezclas líquidas que contienen hasta 5% en peso de sílice hidrófoba y ceras de elevado punto de fusión (superior a 40 60° C).

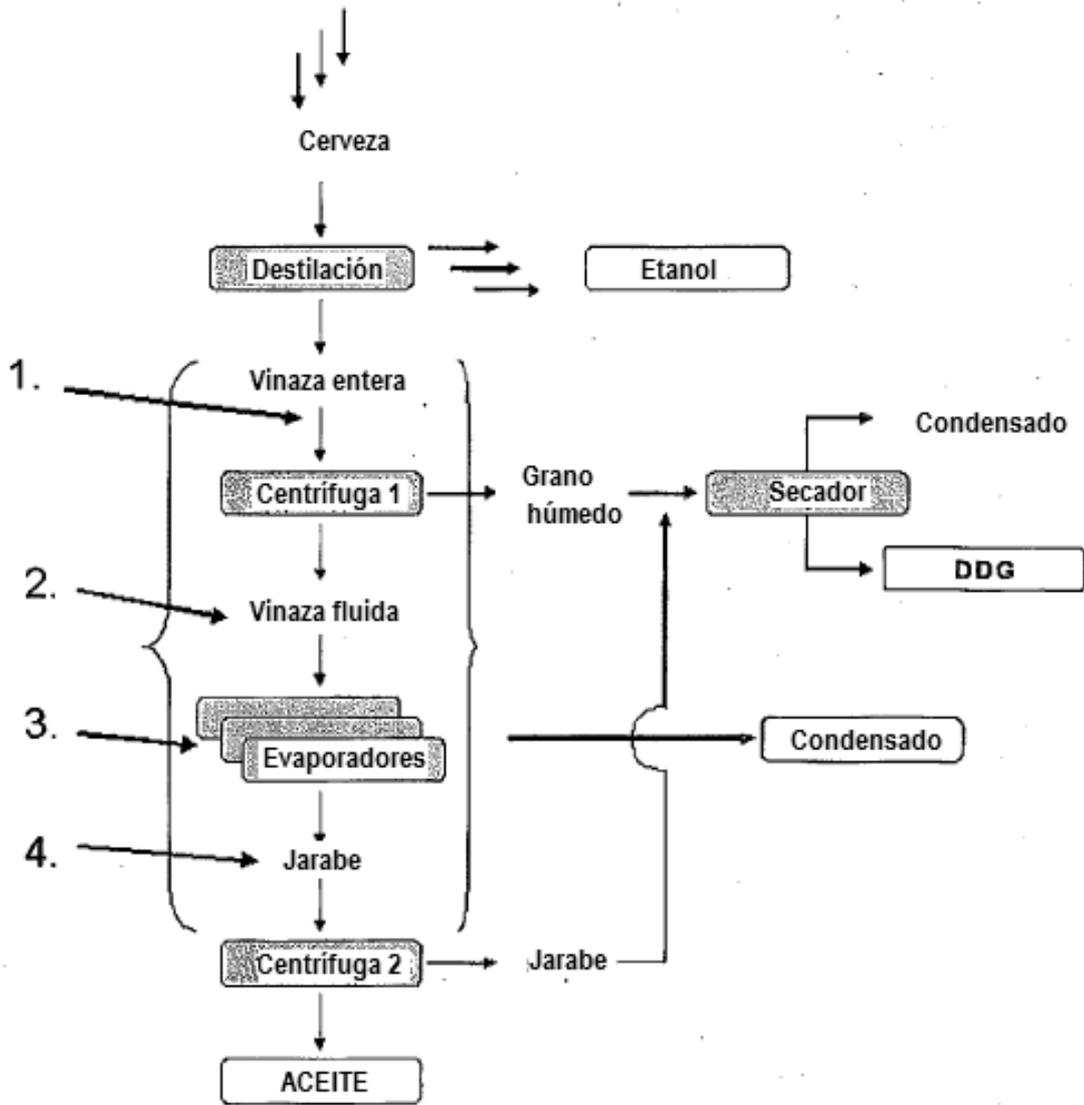


FIGURA 1