(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 594 580**

(51) Int. CI.:

C11B 1/00	(2006.01)	***C10G 1/04***	(2006.01)
C11B 1/10	(2006.01)		
C11B 1/14	(2006.01)		
A23L 33/105	(2006.01)		
A23L 33/115	(2006.01)		
A23L 5/20	(2006.01)		
C11B 1/02	(2006.01)		
C11B 3/04	(2006.01)		
C10L 1/02	(2006.01)		
C10L 1/18	(2006.01)		

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.12.2011 PCT/EP2011/073109**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **28.06.2012 WO12084730**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2011 E 11799686 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.06.2016 EP 2654450**

(54) Título: **Procedimiento para obtener un combustible de semillas de jatrofa ricas en grasas**

(30) Prioridad:

21.12.2010 DE 102010055419

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.12.2016

(73) Titular/es:

GEA MECHANICAL EQUIPMENT GMBH (100.0%)
Werner-Habig-Strasse 1
59302 Oelde, DE

(72) Inventor/es:

KIRCHNER, STEFAN;
ULLMANN, DETLEF y
SPEISER, INES

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

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

Procedimiento para obtener un combustible de semillas de jatrofa ricas en grasas

La presente invención concierne a un procedimiento según el preámbulo de la reivindicación 1. Una obtención de aceite a partir de semillas ricas en grasas es en sí conocida. En la actualidad, se utilizan principalmente los siguientes procedimientos:

1. Prensado más extracción de hexano
2. Prensado en dos etapas
3. Prensado en frío

Para obtener combustibles se utilizan principalmente los procedimientos 1 y 2 a fin de lograr un rendimiento de aceite lo más elevado posible. En este sentido, se hace referencia al documento genérico “Jan de Jong ET AL”: “Jatropha oil quality related to use in diesel engines and refining methods”, 10 de septiembre de 1997, páginas 1-11, XP 55018066. En ambos procedimientos no se pela la semilla antes de la obtención de aceite, de manera que las cáscaras permanecen en la granza desaceitada y así influyen desfavorablemente en el valor nutricional. La calidad del aceite en estos procedimientos con alto rendimiento es relativamente baja, de modo que son necesarias etapas de refinación costosas para poder utilizar este aceite como biocombustible.

En el documento US 4 808 426 A se realiza una obtención de aceite de material nativo como habas de soja o grano para obtener un aceite de soja de alta calidad como alimento (columna 1, líneas 11 a 26). El aceite de soja se utiliza como aceite de aliñar y de cocina, así como grasa para asar y cocinar. El contenido de aceite de las semillas de soja está por debajo del 20%. En el procedimiento, tras una separación de las porciones de cáscara y un desmenuzamiento de las semillas peladas, se añade a éstas un ácido, concretamente, por ejemplo, en una muestra de 400 gramos de semillas de soja, mezclados con 1200 ml de aceite un ácido fosfórico muy concentrado (85%), 3g). Esto sirve para reducir el contenido de fosfolípidos y para reducir el contenido de calcio, magnesio y hierro.

El documento EP 0 267 933 A1 revela un procedimiento para obtener aceite vegetal, en el que se añade al menos un reactivo para reducir el contenido de fosfolípidos al material que contiene aceite. En este caso, en etapas preparatorias se limpia, se secan y se pelan plantas como, por ejemplo, habas de soja o maíz.

A continuación, puede molerse estas partes de plantas. En este caso, se añade además, por ejemplo, aceite. En la extracción de aceite vegetal de estas habas de soja o maíz se utiliza también, entre otros, ácido clorhídrico. Este sirve para reducir el contenido de fosfolípidos. En este caso, se realiza una transformación de un fosfolípido hidrófobo en una especie hidratable. De todos modos, dado que la hidratación de fosfolípidos es reversible, deben utilizarse además también formadores de quelatos, agentes de precipitación o similares para estabilizar los fosfolípidos en la solución acuosa.

El documento GB 1 179 584 A revela un procedimiento para obtener grasas. En este caso, se ha optimizado la extracción acuosa de grasas animales de tal manera que se extraiga una grasa de este tipo en un intervalo de pH de entre 4,1 y 5,8. Este valor del pH puede lograrse, entre otro, por la adición de ácidos como, por ejemplo, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido cítrico o ácido acético.

El documento WO 98/53698 A1 y el documento EP 1905309 A1 revelan un procesamiento de semillas de colza, habas de soja, maíz y semillas de girasol. Éstas se muelen primero. A continuación, se retiran los materiales sólidos. Finalmente, se realiza un lavado de la fase oleosa, en donde durante el lavado se puede ajustar un valor de pH de entre 2-10 por la adición de Tris-HCl. A continuación, se realiza una formulación de una emulsión. Esta emulsión se utiliza en el ámbito de los alimentos y en el ámbito de los piensos, pero también en relación con productos farmacéuticos y cosméticos.

El documento GB 1 402 769 A revela un procedimiento para la obtención de aceite por medio de un proceso enzimático. Como consecuencia del tratamiento enzimático, que tiene lugar con valores de pH de entre pH=3 y pH=6, se produce la descomposición de las paredes celulares del producto vegetal que contiene aceite liberando aceite dentro de 2 a 24 horas.

El documento EP 2 163 159 A1 revela una obtención de aceite a partir de una semilla de colza. En este caso, tras proporcionar y pelar la semilla de colza, se realiza el prensado de la semilla de colza, en donde se originan una torta de prensado y aceite de colza. El aceite de colza, en una etapa de procedimiento, que se designa “desgomado”, se libera de fosfolípidos que se aglomeran en un tanque de reacción. A ello se une una etapa de procedimiento de secado y esterificación.

En este caso, se realiza por transesterificación una separación de biodiesel y glicerina bruta. En etapas posteriores adicionales pueden obtenerse proteínas y otros diferentes materiales de las distintas fracciones del aceite de colza o

de la torta de prensado de colza. El procedimiento aquí descrito es adecuado solamente de manera condicionada para la preparación de combustibles, dado que el rendimiento de aceite es muy pequeño durante el prensado de semilla de colza pelada. Debido al alto contenido de grasa residual en la torta de prensado desaceitada, ésta sólo se puede aprovechar de manera condicionada.

En el uso de combustibles de plantas oleaginosas se ha considerado como alternativa interesante particularmente el aceite de las semillas de jatrofa, también denominadas nueces purgantes, ya que este aceite de jatrofa presenta un índice de cetano más elevado, por ejemplo, con respecto al aceite de colza y dado que la planta de jatrofa crece también en suelos pobres en nutrientes. Junto con el aceite, las proteínas son un componente sustancial de la semilla de jatrofa. No obstante, la alta proporción de cáscaras de las semillas con un porcentaje de hasta el 40% en peso resulta molesta. Si ésta no se retira antes del desaceitado, es difícil obtener una torta pobre en aceite y rica en proteínas. Los procedimientos actuales utilizan en primer lugar un prensado de las semillas. Para lograr en este caso un alto rendimiento, es necesaria forzosamente una proporción de cáscara considerable en el producto.

Por tanto, el problema de la presente invención es crear un procedimiento en el que pueda obtenerse un combustible valioso en gran medida a partir de estas semillas vegetales o nueces.

Este problema se resuelve por las características de la reivindicación 1.

Un procedimiento según la invención para obtener un combustible de semillas de jatrofa que contiene grasa, en donde las semillas de jatrofa presentan un contenido de grasa de al menos 30% en peso, preferiblemente al menos 40% en peso, presenta en este caso preferiblemente las siguientes etapas: a) separar porciones de cáscara; b) desmenuzar semillas vegetales o nueces; c) añadir agua y/o ácido a las semillas vegetales o nueces desmenuzadas formando una suspensión que contiene aceite, de tal modo que la proporción de agua de la suspensión sea mayor que 35% en peso, referido a la masa total de la suspensión; y d) separar el aceite bruto de la suspensión.

En este caso, para el valor de pH de la suspensión antes de la separación del aceite bruto se aplica preferiblemente: pH <=3,5.

El aceite bruto obtenido en este caso es un producto intermedio en la obtención de un combustible. Contiene una proporción de agua residual y, eventualmente, también partículas de material sólido más pequeñas de la semilla vegetal.

El procedimiento según la invención para la obtención de un combustible de semillas de jatrofa que contiene grasa presenta además e) un pulido del aceite, f) una neutralización y g) un secado del aceite.

El pulido del aceite es un procedimiento para depurar el aceite. En este caso, el aceite bruto se reprocesa por medio de una técnica de filtrado o una técnica de separación y se depura o se separa de restos de materiales sólidos y agua. En este caso, el contenido de material sólido del aceite bruto pulido se reduce de tal modo que este aceite puede utilizarse como combustible. Por medio del secado se reduce el contenido de agua residual en el combustible hasta aproximadamente de preferencia un 0,1% en peso o menos.

La fase de material sólido obtenida en este caso es adecuada como producto intermedio en la obtención de una granza rica en proteínas. El aceite así obtenido es extremadamente pobre en fosfatos, magnesio y calcio y corresponde sin más procesamiento de pulido a la norma para biocombustibles (DIN 51605). En oposición a aceites de prensado puede evitarse así un refinado costoso de aceites.

El agua y los ácidos pueden suministrarse por separado a la suspensión o mezclarse ya antes de la adición a la suspensión para formar un ácido diluido, en donde el ácido diluido presenta ya antes de la adición una concentración correspondiente para ajustar el valor del pH de la suspensión a <= 3,5.

En la obtención de combustible de semillas de jatrofa con un contenido de grasa de más del 30% en peso, preferiblemente más del 40% en peso, se ha mostrado sorprendentemente que el rendimiento de aceite bruto aumenta de manera significativa a un valor del pH de <= 3,5.

Según la invención, la obtención de combustible y también simultáneamente de una granza rica en proteínas se realiza a partir de semillas de jatrofa, es decir, las nueces purgantes de la planta de jatrofa.

Variantes de realización preferidas del procedimiento son objeto de las reivindicaciones subordinadas.

Ciertamente, a un valor del pH de <= 3,5 puede observarse ya un aumento significativo del rendimiento de combustible con respecto a un procesamiento a pH neutro, pero puede conseguirse una elevación especialmente ventajosa del rendimiento en una suspensión con un valor del pH <= 3,2.

Se puede conseguir una elevación adicional del rendimiento de combustible realizando el ajuste del valor del pH de la suspensión especialmente por medio de ácido clorhídrico. Una disociación lo más extensa posible de aceite bruto a partir de las semillas vegetales o nueces desmenuzadas puede lograrse por medio de un tiempo de permanencia de al menos 30 min, preferiblemente 30-60 min, tras la adición del ácido. Dado que una temperatura más elevada favorece la disociación del aceite bruto a partir de las semillas vegetales o las nueces, es ventajoso que, con el agua añadida, se ajuste una temperatura de 60-80º C, preferiblemente 80-95º C en el producto.

Las semillas vegetales pueden limpiarse antes del desmenuzamiento para quitar así materiales extraños adheridos a las plantas. Además, la proporción de materiales sólidos y sustancias extrañas puede reducirse en la suspensión antes del desmenuzamiento por medio de un pelado y secado realizados con carácter previo.

Alternativa o adicionalmente, el rendimiento de combustible puede elevarse realizando el desmenuzamiento de las semillas vegetales o nueces por medio de un molino con un grado de molido fino. Debido al grado de molido más fino de las semillas vegetales o nueces se retiene menos aceite puro en el interior de las proporciones de material sólido.

Opcionalmente, la separación del aceite bruto puede realizarse por desaceitado múltiple de la suspensión. En este caso, se introduce la suspensión en un segundo decantador tras un primer desaceitado con un contenido de aceite bruto de 4 por ciento o menos o se la realimenta al decantador del primer desaceitado para un desaceitado repetido de la suspensión.

Un lavado del aceite bruto para obtener combustible puede realizarse ventajosamente en una centrífuga, preferiblemente un separador.

A continuación, se describe con detalle la invención con ayuda de un ejemplo de realización de la obtención de aceite (bruto) de jatrofa, haciendo referencia a los dibujos. Muestran:

La figura 1, una instalación para obtener un combustible de semillas de jatrofa;
La figura 1a, una instalación para obtener una granza;
La figura 2, un diagrama para ilustrar la dependencia del contenido de aceite en la suspensión desaceitada a diferentes valores de pH;
La figura 3, un diagrama para ilustrar la dependencia del contenido de aceite en la suspensión desaceitada con el uso de diferentes ácidos; y
La figura 4, un diagrama para ilustrar la dependencia del contenido de aceite en la suspensión desaceitada a diferentes tiempos de permanencia.

La figura 1 muestra esquemáticamente una instalación con la cual, en una configuración preferida, se procesan semillas de jatrofa A para formar un aceite (bruto) de jatrofa D que es adecuado como combustible, habiéndose lavado y pelado de preferencia previamente las semillas o nueces de jatrofa.

En una primera etapa del tratamiento, las semillas de jatrofa A se transfieren a un molino 1 en primer lugar para su desmenuzamiento. En este caso, las nueces purgantes se rompen y desmenuzan en un mecanismo de molienda. Este proceso de molido puede favorecerse adicionalmente en su caso por el suministro de más aceite.

Los fragmentos de las semillas de jatrofa desmenuzadas presentan en este caso un determinado tamaño de grano medio que se prefija por el mecanismo de molienda. Esto puede realizarse, por ejemplo, en molinos de rendija.

Antes del desmenuzamiento, las semillas de jatrofa se pelan y/o se secan. Por medio de estas etapas de preparación, se facilita el desmenuzamiento o el molido de las semillas de jatrofa. Simultáneamente, se eleva de manera significativa el contenido de proteína por medio de la separación de las porciones de cáscaras.

Esto puede verse como una ventaja determinante frente al procedimiento utilizado actualmente, ya que ahora la fracción de cáscara puede utilizarse por separado y el contenido de proteína de la granza desaceitada admite una utilización de diferente tipo.

Preferiblemente, se retira más del 50%, en particular más del 80% y de manera especialmente preferida la totalidad de las porciones de cáscaras.

Tras el molido, las semillas de jatrofa desmenuzadas se transfieren a un tanque tampón 2 como una mezcla de aceite-materiales sólidos. Desde allí, se transportan a un mezclador o una estación de mezcla 4 a través de una primera bomba helicoidal de excéntrica 3.

En la estación de mezclado 4 se suministra al producto molido agua caliente y ácido, preferiblemente HCl y se mezcla todo de tal modo que la suspensión presente una temperatura elevada de 60-80º C, preferiblemente 80-95º

C.

Con esta introducción de agua caliente y ácido se origina una suspensión de materiales sólidos, aceite y agua que presenta un valor de pH de <= 3,5.

Para una elevación del rendimiento de combustible y la obtención de una granza pobre en aceite es sustancialmente importante que la suspensión formada presente un valor de pH de <= 3,5.

En este caso, el agua caliente y el ácido, preferiblemente ácido clorhídrico concentrado, pueden introducirse también por separado en la estación de mezclado y, por medio de una intensa agitación, pueden formar una suspensión con un valor de pH de <= 3,5. Esta secuencia de etapas de procedimiento no se prefiere ciertamente, dado que se forma localmente una concentración alta de ácido en la suspensión, pero puede utilizarse alternativamente a la adición de un ácido diluido para la formación de una suspensión.

En otra variante de realización de la invención, pero también menos preferida, para ajustar el valor de pH puede utilizarse también, en lugar de ácido clorhídrico, otro ácido como, por ejemplo, ácido sulfúrico o ácido cítrico.

A continuación, la suspensión se transfiere preferiblemente a un recipiente de permanencia 5. Se ha mostrado sorprendentemente que el rendimiento de aceite puro puede elevarse además ventajosamente dentro de un tiempo de permanencia. En este caso, se impide la sedimentación por medio de una agitación cuidadosa y se mejora así el rendimiento. Para ello, el recipiente de permanencia 5 presenta un mecanismo agitador 6. El tiempo de permanencia en el recipiente de permanencia 5 puede ascender a entre, preferiblemente, 30-60 minutos. Independientemente de la materia prima y de los ácidos utilizados, el rendimiento de aceite bruto puede incluso disminuir ligeramente de nuevo en un tiempo de permanencia más largo.

La suspensión se transporta a través de una segunda bomba helicoidal de excéntrica 7 desde el recipiente de permanencia hasta un decantador 8. Este decantador puede estar configurado como decantador de separación bifásico, en donde la primera fase consiste en la suspensión desaceitada con un contenido de aceite residual de menos del 6% en peso, referido al contenido de materiales sólidos en la suspensión, y la segunda fase consiste en aceite bruto vegetal y, eventualmente, partículas de materiales sólidos disueltos de forma dispersa y agua residual.

Alternativamente a un decantador de separación bifásico puede realizarse el desaceitado también en un decantador trifásico o en una combinación de decantador de clarificación y, seguidamente, un separador trifásico.

El aceite bruto vegetal se recoge en un recipiente 9 y se transmite a una centrífuga 12 a través de una tercera bomba helicoidal de excéntrica 10 y a través de un intercambiador de calor 11, preferiblemente un intercambiador de calor de placas. Entre el intercambiador de calor 11 y la centrífuga 12 está dispuesta una entrada de agua caliente. Esta agua presenta ventajosamente una temperatura de entre 60-80º C, preferiblemente 80-95º C. La centrífuga 12 está configurada preferiblemente como un separador trifásico, en donde se realiza en el separador tanto una separación del agua y la fase oleosa como también una clarificación de las fases oleosa y acuosa de partículas de materiales sólidos.

Por tanto, se evacúa de la centrífuga una fase oleosa clara como aceite de jatrofa que puede transformarse, por neutralización y secado, en un producto que es adecuado para uso como combustible en motores de combustión.

Además, en este caso, puede reducirse el contenido de agua residual de la fase oleosa a continuación del pulido del aceite por secado al vacío, no representado aquí, hasta un contenido de agua residual de alrededor de 0,05% o menos. Gracias a la neutralización puede reducirse el contenido de ácido graso libre. Una etapa sustancial en la optimización para la obtención de aceite de semillas de jatrofa está en la optimización del ajuste del valor de pH a <= 3,5.

Una elevación ventajosa más amplia del rendimiento se consigue por la elección de un ácido adecuado, el tiempo de permanencia, la relación de aceite bruto y agua y/o ácido en la suspensión y el ajuste fino del valor de pH.

La figura 2 muestra en un diagrama valores de medición del contenido de aceite residual en suspensiones desaceitadas a diferentes valores de pH que se han evacuado de una centrífuga de laboratorio 8. En este caso, un contenido de aceite residual más reducido es significativo para un mejor rendimiento de aceite de jatrofa y un contenido más alto de proteínas en la granza. Por tanto, un contenido de aceite residual elevado de la suspensión reduce el rendimiento del aceite de jatrofa obtenido y disminuye el contenido de proteínas en la granza.

La temperatura de la suspensión era siempre de 90º C, los tiempos de permanencia en el recipiente de permanencia estaban siempre en 60 min y la relación de agua a mezcla de material sólido y aceite era siempre de 1:1. Los ensayos a pH = 3 se realizaron con ácido clorhídrico. En la suspensión a pH = 5,5 se utilizó ácido cítrico para ajustar el valor de pH.

Los diferentes contenidos de aceite residual de los valores de medición mostrados en el diagrama no indican diferencias significativas del contenido de aceite residual a valores de pH de entre 5,5-6,5 frente al contenido de aceite residual de una extracción acuosa en la zona de pH neutro. Con un valor de pH de 3,0 puede observarse, no obstante, una clara reducción del contenido de aceite residual al 3,6%. Como puede verse por el diagrama, con una reducción del valor de pH por debajo de 3,0 se verifica sorprendentemente una elevación del rendimiento de aceite de jatrofa.

Junto con el factor esencial del valor del pH, el uso de diferentes ácidos lleva también a rendimientos diferentes de aceite de jatrofa. En el diagrama de la figura 3 se han comparado uno con otro, en condiciones de medición comparables, ácido cítrico, ácido clorhídrico y ácido sulfúrico en agua. En este caso, las temperaturas de la suspensión estaban siempre en 90º C, el valor del pH de las soluciones estaba siempre en 3,0, los tiempos de permanencia en el segundo tanque tampón estaban siempre en 60 min y la relación de agua a mezcla de material sólido y aceite estaba siempre en 1:1. En este caso, se infiere de la figura 3 que se prefiere la extracción con agua caliente añadiendo ácido clorhídrico frente a ácido sulfúrico y ácido cítrico, dado que entonces una proporción especialmente alta de aceite de jatrofa puede ser extraída de los materiales sólidos de la suspensión.

La figura 4 muestra una tendencia con respecto a los tiempos de permanencia de la suspensión en el recipiente de permanencia. Estos ensayos se han realizado añadiendo una solución acuosa de ácido cítrico a un valor del pH de 3,0. En este caso, puede apreciarse que un tiempo de permanencia de 30 min es suficiente para conseguir la disociación de la fase oleosa de la suspensión.

Un tiempo de permanencia demasiado largo (por encima de 60 min) en el recipiente de permanencia conduce a una elevación del contenido de aceite residual y, por tanto, a una reducción del rendimiento total. No obstante, la dependencia del tiempo de permanencia depende también al menos parcialmente del ácido utilizado. Así, se ha considerado especialmente ventajoso el tiempo de permanencia de 30-60 min con la utilización de HCl.

Se ha revelado en ensayos que puede conseguirse una elevación adicional del rendimiento de combustible, siempre que la relación de agua a producto tras la adición de agua y ácido en la etapa b) esté en el rango de 1/2 a 2/1.

La proporción de agua en la suspensión es mayor que 35% en peso, preferiblemente mayor que 40% en peso.

Se ha mostrado particularmente que una relación de 1/1 entre la mezcla de materiales sólidos-aceite y la fase acuosa, es decir, un contenido de agua de aproximadamente 50% en la suspensión, es especialmente ventajosa.

A continuación, se explican con más detalle aspectos del procedimiento según la invención con ayuda de diferentes ensayos.

Ensayo 1:
Se rompieron manualmente 800 g de semilla de jatrofa (semilla salvaje de Cabo Verde) con ayuda de unas tenazas. Las cáscaras se separaron manualmente. La rotura se realizó de modo que se originara sólo una proporción insignificante de partes finas y polvo.

Se analizaron las semillas, las cáscaras y la pulpa: la semilla contenía 91% de sustancia seca (TS), que consistía hasta 16% en proteína y hasta 35,7% en grasa. La fracción de cáscaras de 298 g (37,7%) contenía 91% de TS, que consistía hasta 3,3% en proteína y hasta 0,4% en grasa.

La fracción de núcleo de 502 g (62,3%) contenía 91% de TS, que consistía hasta 24,6% en proteínas y hasta 56,5% en grasa.

Ambas fracciones se separaron de manera ópticamente pura, solamente con trazas de la otra fracción correspondiente.

Se muestra a este respecto que, gracias al pelado manual, se retiran de manera muy eficiente las porciones de la semilla de jatrofa que presentan una proporción de grasa relativamente grasa.

Ensayo 2:
Se pelaron 1013 kg de semilla de jatrofa (semilla salvaje de Cabo Verde) por medio de una instalación de ensayo del Fa. Probat.

La rotura se realizó por medio de un triturador reflejo con una rendija de 3 mm. El triturador se hizo funcionar con 1300 rpm y la capacidad de paso ascendió en promedio a 308 kg/h.

La separación de las cáscaras se realizó en una aventadora de escuela técnica. La capacidad de paso media

ascendió a 296 kg/h.

Se obtuvieron las siguientes fracciones:

1. 507 kg de fracción de núcleo (50%)
2. 494 kg de fracción de cáscaras (48,8 %)
3. 12 kg de fracción de polvo de ciclón de separación (1,2%)

La fracción de cáscaras contenía 91,4% de TS, que consiste hasta 7,3% en proteínas y hasta 7,8% en grasa.

La fracción de núcleo contenía 91,2% de TS, que consistía hasta 19,8% en proteínas y hasta 49,8% en grasa.

Tanto la fracción de núcleo como la de cáscaras presentan aún ópticamente porciones de la otra fracción correspondiente.

Se muestra a este respecto que se retiran también en gran cantidad, por el pelado automatizado, porciones de la semilla de jatrofa que presentan sólo una proporción de grasa relativamente pequeña.

Ensayo 3:
Se mezclaron en vaso de precitados 300 g de semilla de jatrofa pelada y molida con 450 g de agua y se agitaron en el baño de agua durante 60 minutos a 90º C. En este caso, se ajustó un valor del pH de 6,2.

Se ajustó una muestra adicional con 90 ml de HCl al valor de pH de 3,0 y se la agitó también durante 60 minutos en el baño de agua a 90º C.

A continuación, se centrifugaron las dos muestras en una centrífuga de laboratorio calentables durante 3 minutos con 4500 x g.

Se analizó a continuación el material sólido en cuanto al contenido de grasa residual.

Mientras que la muestra sin desplazamiento de pH presentaba un contenido de grasa residual de 12,06% (referido a TS), el contenido de aceite residual de la muestra desaceitada con desplazamiento de pH era solamente de 3,6.

Esto demuestra la ventaja del desplazamiento del valor de pH.

Ensayo 4:
Se calentaron indirectamente a 95º C 160 kg de agua en un recipiente de agitación calentable. A continuación, se introdujeron 112 kg de semilla de jatrofa pelada y molida. La suspensión de ajustó a un valor de pH de 3,0 con 5,8 kg de ácido clorhídrico concentrado y la suspensión se ajustó a una temperatura de 90º C.

La suspensión se agitó con cuidado durante 60 minutos en el recipiente.

A continuación, la suspensión se separó en una fase oleosa y una base de suspensión desaceitada en un decantador de separación bifásico CA 220-08-33 (Westfalia Separator Group GmbH). El número de revoluciones del tambor ascendió a 4750 rpm y el número de revoluciones de diferencia fue de 18 rpm.

La capacidad de entrada ascendió a 300 l/h y se ajustó por medio de una bomba helicoidal de excéntrica regulable.

La capacidad de salida de la fase oleosa ascendió a 63 l/h.

El material sólido desaceitado contenía 34,8% de TS, con 5,4% de grasa, referido a la masa seca.

Ensayo 5:
En un recipiente de agitación se mezclaron con 50 litros de agua 180 kg de suspensión de jatrofa ya desaceitada con 34,8% de TS y 5,4% de grasa (del ensayo 4) en la sustancia seca.

La suspensión se agitó con cuidado durante 30 minutos y se la calentó entonces a 90º C por suministro de calor indirecto.

A continuación, la suspensión se separó en una fase oleosa y una fase de suspensión desaceitada en un decantador de separación bifásico CA 220-08-33 (Westfalia Separator Group GmbH). El número de revoluciones del tambor ascendió a 4750 rpm y el número de revoluciones de diferencia fue de 15 rpm.

La capacidad de entrada ascendió a 300 l/h y se ajustó por medio de una bomba helicoidal de excéntrica regulable.

La capacidad de salida de la fase oleosa ascendió a 9 l/h.

El material sólido desaceitado contenía 29,6% de TS, con 3,9% de grasa, referido a la masa seca.

La comparación de los ejemplos 4 y 5 muestra la ventaja de la formación de la suspensión que contiene aceite según la etapa c) de la reivindicación 1 y de la etapa d) de la reivindicación 1, en particular con una separación previa del componente de cáscara (ensayo 4).

Ensayo 6:
Se mezclaron en un recipiente de agitación 36 kg de aceite de jatrofa así obtenido con 1 litro de agua y se calentaron con suministro de calor indirecto a 90º C.

A continuación, la fase oleosa se separó en una centrífuga de envolvente completa BTC 3-03-107 (Westfalia Separator Group GmbH) en una fase oleosa y una fase acuosa. Los materiales sólidos contenidos en el aceite se recogieron en el tambor de la centrífuga y se retiraron tras el ensayo.

La fase acuosa contiene 2,0% de TS y presentaba un contenido de grasa de 0,05%.

La fase oleosa presentaba los siguientes parámetros:

Residuo de coque: 0,45% (m/m); ceniza de óxidos: < 0,005% (m/m); fósforo: < 0,5 mg/kg; sodio < 0,5 mg/kg; magnesio: < 0,5 mg/kg; calcio: < 0,5 mg/kg; potasio; < 0,5 mg/kg; aluminio: < 0,5 mg/kg; hierro: < 0,5 mg/kg.

Es muy esencial aquí el contenido muy reducido de fosfato y magnesio de la fase oleosa.

Tras el ensayo 4 se obtiene primero una fase oleosa según el procedimiento de la reivindicación 1. Como se describe en la reivindicación 12, el rendimiento puede mejorarse mediante un desaceitado múltiple. Esto lo confirman de manera muy contundente los respectivos desaceitados opcionales de los ensayos 4, 5 y 6.

Lista de símbolos de referencia

1	Molino
2	Tanque tampón
3	Bomba helicoidal de excéntrica
4	Estación de mezclado
5	Recipiente de permanencia
6	Mecanismo agitador
7	Bomba helicoidal de excéntrica
8	Decantador
9	Tanque tampón
10	Bomba helicoidal de excéntrica
11	Intercambiador de calor
12	Centrífuga

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para obtener un combustible de semillas de jatrofa con un contenido de grasa de al menos un 30% en peso, preferiblemente al menos un 40% en peso, y para obtener simultáneamente una granza rica en proteínas, **caracterizado por** las siguientes etapas:

a) separar porciones de cáscara
b) desmenuzar las semillas peladas;
c) añadir agua y ácido a las semillas vegetales desmenuzadas formando una suspensión que contiene aceite de tal modo que la proporción de agua de la suspensión sea mayor que un 35% en peso, referido a la masa total de la suspensión,
d) separar aceite bruto de la suspensión, siendo <= 3,5 el valor del pH de la suspensión antes de la separación del aceite bruto;
e) pulir el aceite o el aceite bruto;
f) neutralizar; y
g) secar el aceite.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** en una etapa h) se realiza un secado de la granza desaceitada.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado por que** el valor del pH del agua añadida es <= 3,2.

4. Procedimiento según la reivindicación 2 o 3, **caracterizado por que** el ajuste del valor del pH de la suspensión se realiza por medio de ácido clorhídrico antes de la separación de la fase oleosa.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** después de la adición de agua y ácido se respeta un tiempo de permanencia de al menos 30 min, preferiblemente 30-60 min.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la separación de la fase oleosa de la suspensión se realiza en un campo centrífugo, en particular de un decantador, o con un decantador (8).

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la suspensión que contiene aceite presenta una temperatura de 60-80º C antes de la separación de la fase oleosa.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** la suspensión que contiene aceite presenta una temperatura de 80-95º C antes de la separación de la fase oleosa.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** presenta una relación de agua a producto en el rango de 1/2 a 2/1.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la proporción de agua de la suspensión es mayor que un 40% en peso, referido a la masa total de la suspensión.

11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que**, antes del desmenuzamiento de las semillas vegetales o nueces, se realiza una limpieza de estas semillas vegetales o nueces.

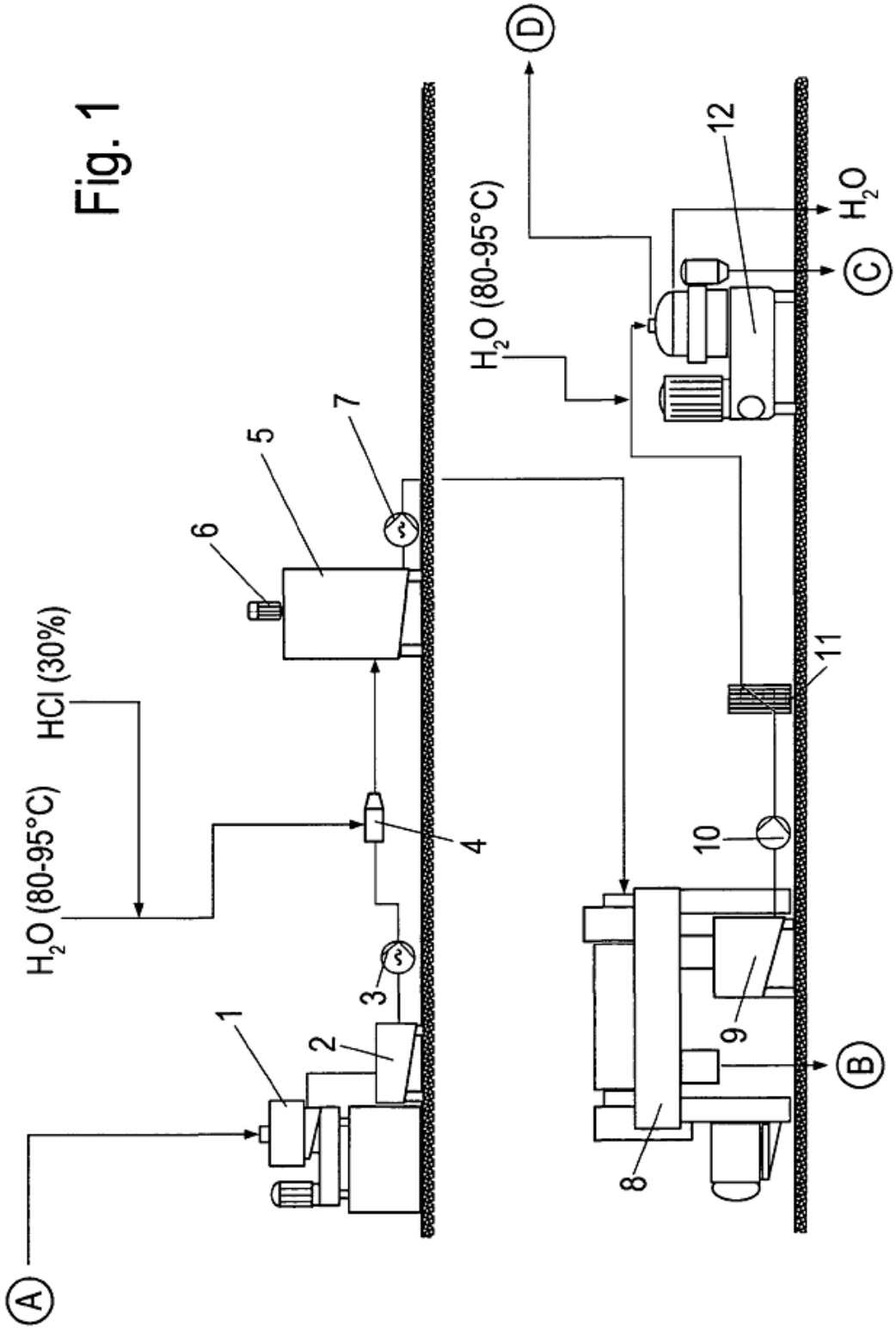
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que**, tras la limpieza opcional y antes del desmenuzamiento de las semillas vegetales o nueces, se realiza un secado de estas semillas vegetales o nueces.

13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la separación de la fase oleosa se realiza mediante un desaceitado múltiple de la suspensión.

14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que**, tras una primera extracción de la fase oleosa de la suspensión, esta suspensión presenta un contenido de aceite residual de menos de un 4% en peso, referido a la masa total de materiales sólidos en la suspensión.

15. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el pulido del aceite de la fase oleosa se realiza en una centrífuga (12), preferiblemente un separador.

Fig. 1



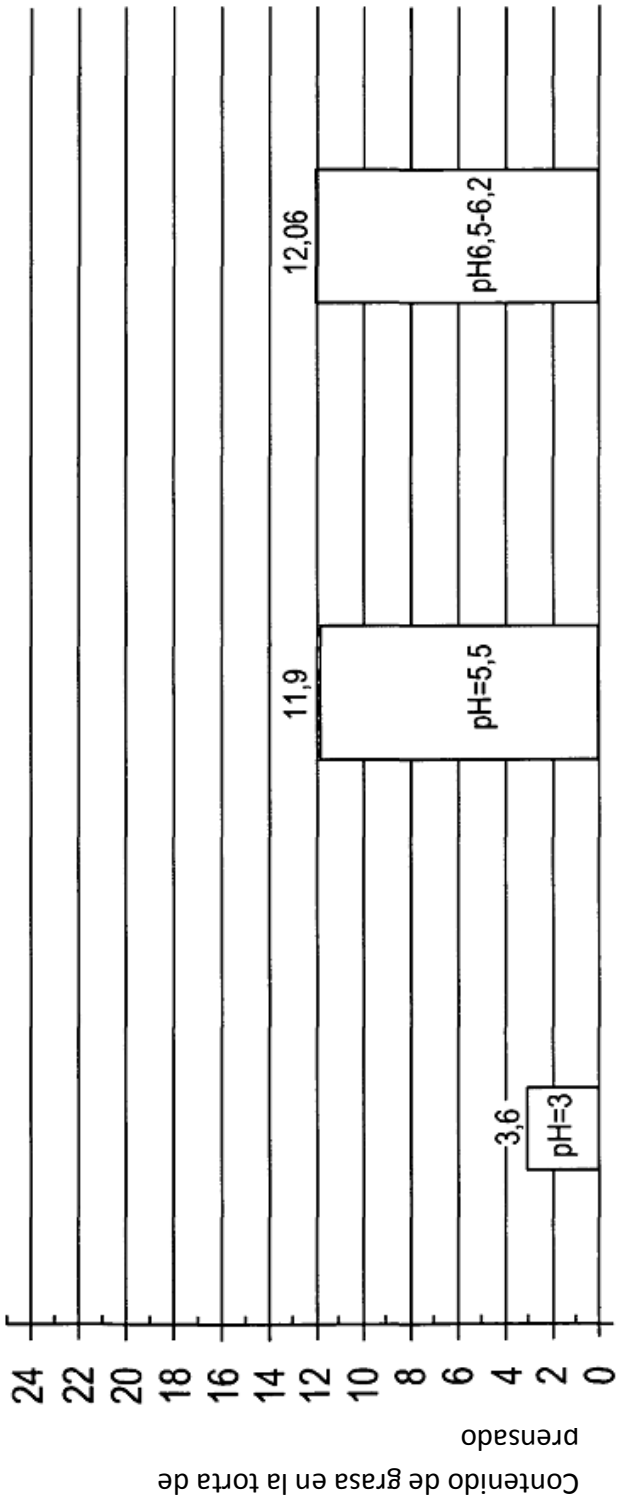

Contenido de grasa en la torta de prensado
24
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4
2
0
pH=3
3,6
pH=5,5
11,9
pH6,5-6,2
12,06

Fig. 2

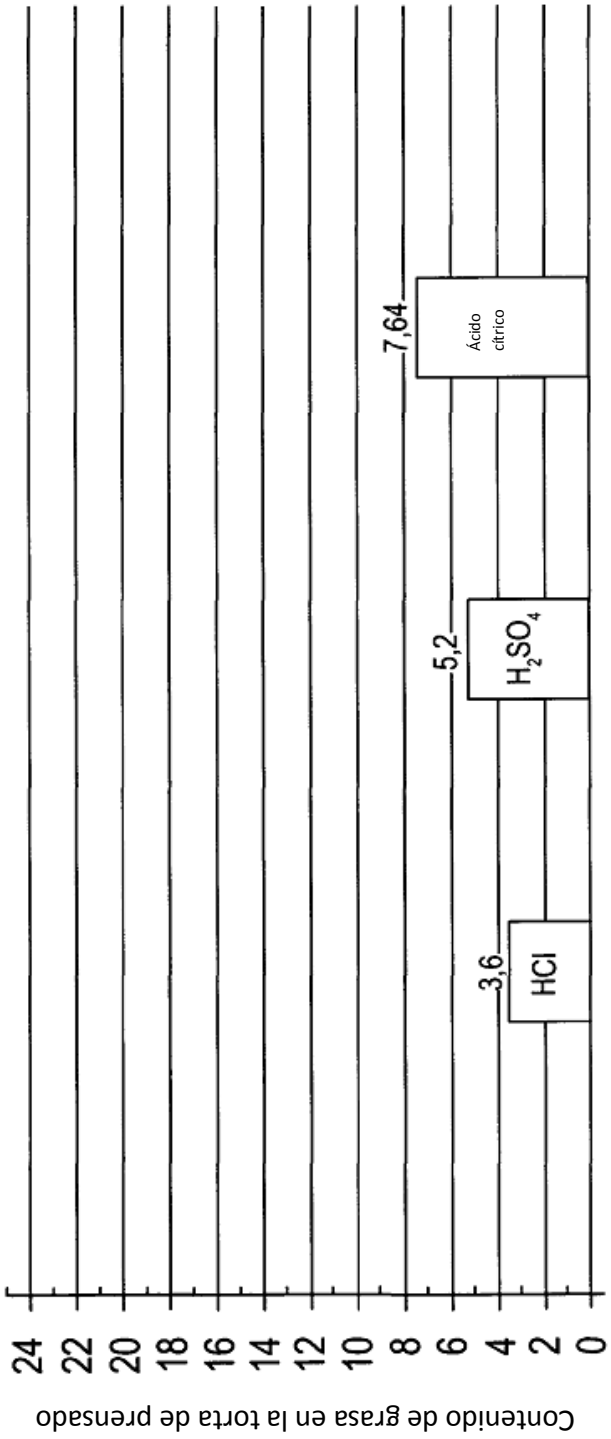

Contenido de grasa en la torta de prensado
24
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4
2
0
3,6
HCl
5,2
H_2SO_4
7,64
Ácido cítrico

Fig. 3

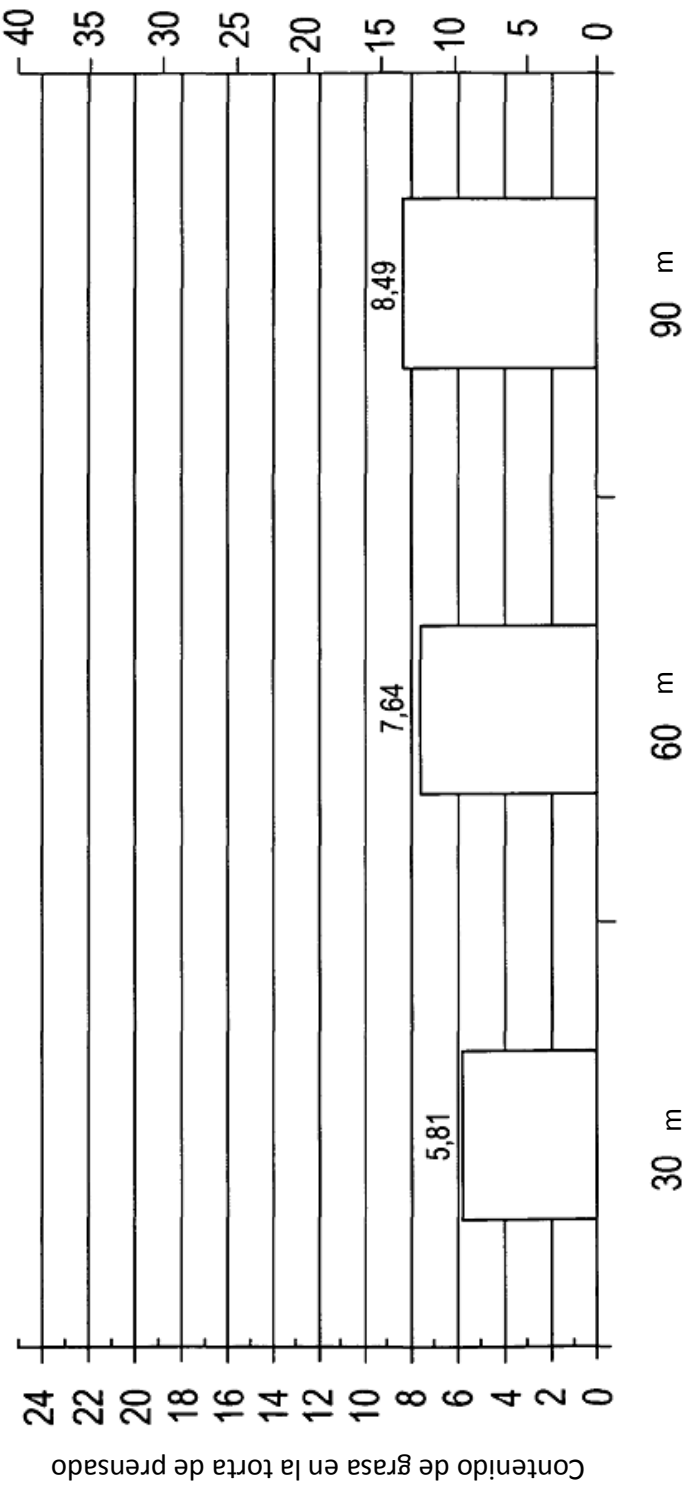

Contenido de grasa en la torta de prensado
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
22
24
0
5
10
15
20
25
30
35
40
5,81
7,64
8,49
30 m
60 m
90 m

Fig. 4