



139384

139384

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ò N

a favor de la razón social norteamericana GENERAL FOODS CORPORATION, domiciliada en Nueva York, N. Y. (Estados Unidos de América), por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE PECTINATO CÁLCICO SEMISOLUBLE".-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la obtención de sustancias gelatinizables, en particular, de pectina, obtenida de frutas y otras materias vegetales. Bajo "pectina" se sobrentienden diversas sustancias extraídas, ge-
5 neralmente con calor y eventualmente con adición de acido, de materias vegetales, que se caracterizan por la propiedad de formar jalea, al ser disueltas en agua con la cantidad adecuada de azúcar y acido. Por lo tanto, la palabra "pectina" es un término general que sirve para de-



130384

10 signar substancias de esta naturaleza y se emplea para
una serie de productos que tienen en común esta propie-
dad, sin que se pretenda diferenciarlos. La pectina ha si
do obtenida por diversos procedimientos según diversos in
vestigadores, y entre las distintas propiedades que se
15 atribuyen generalmente a la pectina, figura la precipita-
bilidad con alcohol, ciertas sales metálicas, ácidos y
azúcares. Sin embargo, no todas las substancias que el
término "pectina" abarca, presentan estas propiedades.

Pectina seca, pulverulenta, que puede obtenerse
20 por distintos procedimientos, es un producto conocido. Así,
por ejemplo, se han concentrado soluciones que contenian
pectina, precipitando esta última mediante alcohol, secán
dola y pulverizándola. Otros procedimientos se basan en
la precipitación con sales y en la formación de hidróxi-
25 dos coloidales en la solución péctica. La pectina seca in
dustrial, es, generalmente, soluble en agua. Sin embargo,
está mezclada con un agente de dispersión, tal como por
ejemplo la azúcar, para impedir la formación de grumos ó
globulillos, al mezclar la pectina con agua. Pectina es
30 una substancia gomosa, y al trabajar productos de esta na
turaleza, particularmente en la práctica farmacéutica se
agrega como medio de dispersión azúcar u otras substan-
cias apropiadas.

Tambien se han preparado sales de pectina con
35 metales alcalino-térreos, tales como por ejemplo el bario
y calcio. Así por ejemplo, Fremy, J. Pharm. Chim (3) 12
(1847) 13 ha transformado la pectososa insoluble (que hoy
se designa con mas propiedad con el nombre de protopecti-
na) por cocción con acidos débiles, en pectina. Al calen-



139384

40 tar esta pectina con acido diluido, obtuvo substancias de
signadas por él como "parapectina" y "metapectina"; la me
tapectina tenia la propiedad caracteristica de precipitar
con cloruro de bario, un cloruro alcalino-térreo. Estas
sales alcalino-térreas de pectina pueden designarse como
45 "pectinatos", a diferencia de "pectatos", que son las sa-
les del acido péctico ordinario. Se dispersan facilmente
en agua fria, pero son insolubles en agua sin adición de
acido. Al lavarlas con alcohol acidulado, o por otro tra-
tamiento, con el cual se elimina el calcio, bario, etc.,
50 puede obtenerse una pectina que se disuelve facilmente en
agua, pero que, como la pectina soluble adolece del incon-
veniente de formar grumos o globulillos.

La invención se refiere a un procedimiento pa-
ra la obtención de un pectinato de calcio semisoluble, que
55 se caracteriza por que el contenido en calcio se ajusta
o gradua, ya sea por la eliminación parcial del calcio
del pectinato cálcico insoluble, o por la introducción de
calcio en la pectina precipitable mediante calcio, o pec-
tinato calcico soluble, de forma tal, que el pectinato
60 calcico al ser mezclado con agua, se disperse facilmente
sin formar grumos o globulillos, y sea soluble o bastante
soluble en agua hirviendo.

La invención se refiere, además, a pectinato
cálcico semisoluble, que se caracteriza por un contenido
65 en calcio tal, que el pectinato calcico, al ser mezclado
con agua, se dispersa facilmente sin formar grumos, sien-
do soluble o bastante soluble en agua hirviendo.

Un producto de las propiedades deseadas pue-
de obtenerse según el procedimiento descrito a continua-



70 ción de sales alcalino-térreas de la pectina del tipo des-
 crito por Fremy, en particular de pectinatos calcicos,
 que se emplean con ventaja, ya que el contenido en calcio
 no perjudica la utilización para fines de alimentación.
 Estas sales se dispersan facilmente en agua fria. Pero
 75 son insolubles hasta en agua hirviendo. Sin embargo, al
 eliminar el calcio, el pectinato cálcico se convierte a
 un estado, en el cual es facilmente soluble en agua, pero,
 al ser mezclado con agua, ya no se dispersa facilmente.
 En la tabla que se dá a continuación, se indican como
 80 ejemplo los resultados de las pruebas relativas a las mo-
 dificaciones en cuanto a la solubilidad y dispersabilidad
 al eliminar el calcio del pectinato cálcico, obtenido se-
 gún el procedimiento descrito en la solicitud de patente
 nº 139.383, presentada con la misma fecha.

85		Dispersabilidad en agua fria	Solubilidad en agua hir- viendo	Caracteris- tica.

	1. Precipitado original de pectinato cálcico	Buena	Insoluble	Insoluble
90	2. Lavado con 1/8 de la cantidad usual de ácido	Buena	Tiene tenden- cia a disol- verse pero permanece gra- nular y turbio	Insoluble
	3. Lavado con 1/4 de la cantidad usual de ácido	Buena	Bastante so- luble	Semisoluble
95	4. Lavado con 1/2 de la cantidad usual de ácido	Buena	Completa- mente soluble	Semisoluble
	5. Lavado con la cantidad usual de ácido	Flota y for- ma grumos ó globulillos	Completa- mente soluble cuando se ha- lla disperso pero se disper- sa difícilmen- te sin azúcar	Soluble



100 La solubilidad del pectinato cálcico será por
tanto mayor, y la dispersabilidad menor, según la reduc-
ción del contenido en calcio. Intermedio entre el pecti-
nato cálcico insoluble y el pectinato cálcico soluble, se
halla un producto semisoluble que se dispersa en forma fi-
105 namente dividida sin formar grumos o globulillos, bastan-
te insoluble en agua fría (es decir, agua a la temperatu-
ra usual del recinto o cuarto) y bastante soluble en agua
caliente o hirviendo. Donde en la descripción y en las
reivindicaciones se emplea el término "semisoluble", se
110 quiere con ello dar a entender o designar la insolubili-
dad en agua fría, y la solubilidad en agua hirviendo. Los
productos 3 y 4 de la tabla que antecede están designados
como "semisolubles".

Para esta pectina fácilmente dispersable y semi-
115 soluble no se necesita ningún medio de dispersión, y se
presta particularmente a la preparación de mermelada y
jalea. Al ser empleada, la pectina se echa sencillamen-
te en agua o zumos de frutas, removiendo. Para determi-
nados fines, la pectina puede mezclarse con otras subs-
120 tancias, tales como por ejemplo azúcar, para hacer la pec-
tina mas voluminosa, ya que las porciones de pectina em-
pleadas por las cocineras son muy pequeñas, y la dilución
con una substancia neutra cualquiera facilita la manipu-
lación y es deseable por razones prácticas su adición, ó
125 la del ácido, para dar a la jalea el gusto áspero deseado.
El contenido en calcio de este pectinato cálcico semiso-
luble no debe ser demasiado bajo, para que la pectina bro-
te con suficiente lentitud y permita una buena dispersión,
y al mismo tiempo no demasiado elevado, para que, al ser



139384

130 calentada la pectina, se disuelva suficientemente.

El pectinato cálcico a tratar puede obtenerse, por ejemplo, según el procedimiento descrito en la patente nº 139.383, presentada con la misma fecha. Según este procedimiento, orujos de manzana se someten a un tratamiento mediante ácido mineral, por ejemplo, el ácido clorhídrico, mezclándose dichos orujos con el ácido, y calentándose la mezcla, por ejemplo durante 46 - 47 horas a unos 40°C. Durante este tratamiento ácido, la masa es substancialmente sólida, y la cantidad de ácido agregado es generalmente tal que la mezcla tenga una concentración de iones de hidrógeno de p_H debajo de 1,0. En estas condiciones, la protopectina primitivamente presente se convierte en pectina precipitable con calcio; la transformación se efectúa paulatinamente, de forma que el tratamiento ácido puede ser terminado en cualquier punto deseado. A continuación la pectina es extraída de la masa tratada con ácido, con azúcar en caliente, y la pectina es precipitada en la solución en forma de un pectinato cálcico mediante la adición de sales cálcicas, tales como por ejemplo el carbonato cálcico o el cloruro cálcico.

El contenido en calcio del pectinato cálcico obtenido según el procedimiento anterior, o de otro modo, puede, para la obtención del producto según la invención, ser reducido mediante lavado con alcohol que contiene ácido. La concentración del alcohol que contiene ácido debe ser de tal naturaleza, que los componentes de ceniza se disuelvan fácilmente, mientras que la pectina propiamente dicha no se disuelve; como ácido emplease preferentemente el ácido clorhídrico. Al agregar alcohol que



139384

160 contiene ácido (por ejemplo un alcohol de 50%) en una pro-
porción de unas 3 partes, por 1 parte de pectinato cálcico,
y la concentración ácida es de aproximadamente 1,5%
de HCl, entonces la cantidad de calcio lavada será tal,
que se obtiene el producto soluble 5 de la tabla ante-
rior. Al emplearse cantidades de ácido mas pequeñas, se
165 obtienen productos semisolubles que corresponden a los
productos 3 y 4 de dicha tabla. Así por ejemplo, para ob-
tener el producto 4, se lava una parte del pectinato cálcico
por unas 3 partes de alcohol que contiene ácido,
170 siendo reducida la concentración del ácido a unos 0,7%.
A productos de esta clase se refiere la invención.

Esta pectina dispersable semisoluble de forma pulverulenta se distribuye fácilmente sobre la superficie del agua, y ello sin formar grumos. Las partículas
175 absorben agua, pero no se aglutinan, y cuando están húmedas o hinchadas tienen la tendencia a sumergirse, cayendo hacia abajo. Estas partículas no peptizan en agua a la temperatura del recinto, pero si al calentar el agua. Esta pectina peptiza fácilmente después de la dispersión
180 en zumos de frutas y calentamiento. Una dispersión de esta pectina en agua a la temperatura del recinto se deja fácilmente peptizar o peptonizar, al mezclar la dispersión con ácidos.

Con sencillas pruebas de laboratorio, en
185 combinación con la regular práctica de fabricación, es posible determinar en que extensión el pectinato cálcico insoluble debe ser lavado, para convertirlo en forma semisoluble. Este método es absolutamente seguro, y mas sencillo que una determinación del contenido en calcio, que



139384

190 no necesita ser constante y puede variar. Pectinato cálcico soluble en forma pulverulenta puede ser convertido en pectinato cálcico semisoluble, tratándolo con determinadas cantidades de acetato de calcio, en forma de una solución alcohólica, ya que el pectinato cálcico soluble
195 tiene la propiedad de absorber nuevas cantidades de calcio.

El pectinato cálcico insoluble, del cual, según la invención el calcio es parcialmente eliminado, puede obtenerse también de otro modo que por el procedimiento descrito en la patente nº 139.383. Además, el pectinato cálcico semisoluble puede ser obtenido, para la reducción de su contenido en calcio, también por otros métodos que el procedimiento de lavado antes descrito, mientras que productos con las propiedades deseadas pueden obtenerse también de pectinatos cálcicos solubles que correspondan al producto 5 de la tabla, tratándolos con acetato cálcico en una solución alcohólica.
205

El procedimiento según la invención puede ser diversamente modificado, sin apartarse del principio
210 que rige la invención.

N O T A

Es objeto de esta patente de invención que se solicita "Procedimiento para la obtención de pectinato cálcico semisoluble", que se caracteriza y define por las reivindicaciones siguientes que constituyen su novedad y
215 sobre las cuales ha de recaer la propiedad y explotación exclusiva:-



139384

220 1.- Procedimiento para la obtención de pectinato cálcico semisoluble, caracterizado por el hecho, de que se gradúa el contenido en calcio ya sea, mediante la eliminación parcial de calcio del pectinato cálcico insoluble, o sea mediante la introducción de calcio en pectina precipitable por medio del calcio o en pectinato cálcico insoluble de forma tal que el pectinato cálcico dispersa fácilmente sin formación de grumos o globulillos y resulta soluble o bastante soluble en agua hirviendo.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el calcio se elimina parcialmente del pectinato cálcico insoluble mediante lavado con alcohol que contiene ácido.

230 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el calcio se introduce en la pectina precipitable mediante calcio o en el pectinato cálcico soluble, agregando a la disolución compuestos cálcicos.

235 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, por medio del cual se obtiene pectinato cálcico semisoluble, cuyo producto se caracteriza por un contenido cálcico tal, que el pectinato cálcico al ser mezclado con agua dispersa fácilmente sin formar grumos o globulillos, y es soluble o casi soluble en agua hirviendo.

240 5.- Procedimiento para la obtención de pectinato cálcico semisoluble.

La presente memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 27 de agosto de 1935.-

ME 130
P.