

184395

P.- 6883.-

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



30 JUN. 1948

184395

30 JUN. 1948

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
ESPAÑA
por VEINTE años

a nombre de LEPPERT, S.A., entidad italiana, establecida
en 32-34 Via Carlo Tenca, Milán, Italia, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ACIDO TÁNICO AL ÉTER
CON HOJAS DE ZUMARQUE".-

El ácido tánico al éter representa un tipo especial de ácido tánico puro de calidad muy apreciada, ya por el color, ya por la ligereza y la solubilidad, producto que se emplea en enología para clarificar los vinos



184395

generosos, para la fabricación de colorantes sintéticos, tintas, mordientes de tintorería etc.

5 La primera materia generalmente empleada hasta hoy para esta elaboración era la nuez de agalla de la China, o sea la excrecencia de aspecto leñoso formada en las hojas del Rhus semialata, planta muy difundida en la China, en el Japón y en las Indas septentrionales, y que se debe a la picada de un insecto especial (Aphis Chinensis).

10 La nuez de agalla constituía una primera materia especialmente irónea para esta elaboración por cuanto contiene cerca de 75-80% de tanino, cerca de 4-5% de otras sustancias curtientes y solo un pequeño porcentaje de impurezas.

15 El procedimiento de preparación de tanino al éter de esta primera materia representaba por tanto un problema no excesivamente difícil, que se basaba sobre todo en una extracción preliminar de las agallas con agua para obtener un extracto acuoso, del cual se extraía el tanino mediante una mezcla de alcohol y de éter. Luego el extracto
20 alcohólico-etéreo se concentraba y se secaba en secadores de cilindros giratorios calentados.

Se obtenía así un producto final de color amarillo claro de peso específico aparente de unos 0,2 y que contenía unos 87-90% de tanino (análisis al filtro), el
25 2-4% de sustancias no tánicas, y 8-12% de agua. El color, medido con el tintómetro de Lowibond en una solución acuosa a 5% corresponde en promedio a 0,2-0,3 puntos amarillos.



184395

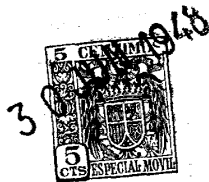
La solicitante, después de muchos experimentos, ha conseguido obtener un tanino de características casi iguales, utilizando una primera materia nacional, o sea las hojas de zumaque (Rhus coriaria) que se recolectan sobre todo en Sicilia.

La hoja de zumaque, como se emplea normalmente en la industria curtiente tiene un contenido medio de sustancias curtientes del 26-29% y un contenido medio de sustancias no tánicas de 14-16%.

El tanino contenido en ella pertenece a la misma clase del tanino contenido en las agallas de China, es un tanino llamado pirógálico, constituido preferentemente por un glucósido del ácido gálico. De hecho, según los estudios de Fischer-Freudenberg, el tanino de agallas tiene la constitución de un penta-digaloil-glucósido, al paso que el del zumaque tiene la constitución de un penta-galoil-glucósido. Las características químicas de estos taninos tienen, pues que ser bastante semejante. Basándose en esta premisa se ha elaborado el procedimiento que constituye el objeto del presente invento.

Pero se ha comprobado desde las primeras pruebas que el extracto acuoso total de las hojas de zumaque no se presta a la elaboración normal con mezcla de alcohol y éter como el extracto acuoso de agallas de China.

En cambio se ha descubierto que la extracción del tanino del líquido acuoso podía efectuarse de modo mucho más conveniente con éter acético, siguiendo en esto las



184395

viejas indicaciones de Lowe. (Lowe - Die Chemie der naturlichen Gerbstoffe, química de las sustancias curtientes naturales). El extracto en éter acético que se obtiene extrayendo con este disolvente el extracto acuoso total de hojas de zumaque, no se presta, sin embargo, a la desecación por cuanto en el cilindro giratorio calentado se carameliza y se funde en vez de secarse, transformándose en una masa esponjosa ligera.

La dificultad se ha resuelto modificando el método de extracción acuosa de la hoja, esto es, haciendo una extracción acuosa fraccionada y sometiendo a la extracción siguiente con éter acético sólo una parte determinada de los extractos acuosos.

El procedimiento, según se realiza con resultados óptimos, es, pues, el siguiente:

La hoja del zumaque pulverizada se somete a extracción acuosa a temperatura no superior a los 50°. La extracción se efectúa por percolación hasta extraer de la hoja cerca del 50-55% del tanino contenido en ella. Los caldos que así se obtienen se someten a una primera concentración a unos 10-12° Bé, luego se enfrían a unos 0° y se mantienen a esta temperatura durante algunos días.

Después los extractos se clarifican en una centrífuga de decantación y el caldo limpio así obtenido se concentra por segunda vez a unos 28-30° Bé.

El extracto que así se obtiene tiene un contenido de unos 27-28% de tanino y 22-24% de sustancias no tánicas,



184395

esto es, un contenido de estas con respecto al tanino superior al presente primitivamente en la misma hoja.

5 Solo este extracto se presta a la subsiguiente elaboración. En cambio el que se obtiene agotando a fondo la hoja ya parcialmente extractada con extracción acuosa en batería en contracorriente y que contiene como un 40% del tanino total contenido en la hoja, no puede de hecho emplearse en la preparación del tanino al éter, y puede serlo exclusivamente en la preparación del ácido gálico por métodos conocidos, o bien utilizarse para curtir.

10 El primer extracto se somete a subsiguiente extracción con éter acético en aparatos de agitación, y esto empleando como 1,2 partes de éter acético por 1 parte de extracto de zumaque especial.

15 El extracto en éter acético se concentra luego a pequeño volumen en un concentrador en el vacío, con recuperación del disolvente. El extracto concentrado que contiene no más del 35-50% de éter acético se lleva directamente al secador de cilindros giratorios, donde se seca a temperatura de unos 120° a la presión atmosférica.

20 El producto que así se obtiene se somete al llamado periodo de maduración, como se hace normalmente con el tanino al éter de las agallas, o sea que se dispone en una capa no muy alta sobre soportes en ambiente ligeramente húmedo de manera que recobre ciento por ciento de humedad (8-10%).

Se obtiene así al final un producto de especial



184305

30 JUN 1941

5 ligereza (peso específico 0,1-0,12). Con características de análisis bastante semejantes a las del tanino de agallas (tanino 86-88%, sustancias no tánicas 3,4%, agua 9-10%) se diferencia del tanino de agallas por un color más ligeramente amarillo (puntos amarillos 0,5,0,5 en vez de 0,2-0,3) debido a la presencia de xantofila originariamente contenida en la hoja.

10 El rendimiento de tanino corresponde a cerca de 75% de las sustancias curtientes originariamente contenidas en el extracto de zumaque especial.

15 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Italia, con fecha 22 de diciembre de 1941, bajo el número 429.435, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley de Propiedad Industrial y a las medidas de excepción vigentes.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente Patente de



184305

Invencción en España por VEINTE años, son los siguientes:

1º. Un procedimiento para la preparación del ácido tánico al éter, caracterizado por el hecho de que se extrae el ácido tánico de la hoja de zumaque.

5 2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado por el hecho de que se somete la hoja de zumaque a una extracción fraccionada, para obtener un extracto acuoso que contiene como un 50-55% del tanino presente en la hoja, el cual, después de purificación y concentración, se somete a una segunda extracción con
10 éter acético.

 3º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º, y 2º, caracterizado por el hecho de que la extracción fraccionada de la hoja de zumaque se efectúa
15 por perforación, a temperatura no superior a 30°C.

 4º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º a 3º, caracterizado por el hecho de que el extracto acuoso obtenido de la hoja de zumaque, antes de ser sometido a la extracción con éter acético, se concentra en el vacío a 10-12°C se enfría a 0°C, se decanta en centrífuga y luego se concentra ulteriormente en el vacío a
20 28-30°C.

 5º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos anteriores, caracterizado por el hecho de que en la extracción con éter acético, realizada preferentemente
25 en aparatos agitadores, se usan unas 1,2 partes de éter acético por una parte de extracto acuoso concentrado.

 6º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos anteriores, caracterizado por el hecho de que se

184395



1948

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

52 concentra el extracto en éter acético por destilación en el vacío con recuperación del disolvente, obteniendo un extracto concentrado, que contiene no más de 25-30% de éter acético, que luego se seca en cilindros calentados giratorios a unos 120° de temperatura y a presión atmosférica.

10 7°. Un procedimiento según se refiere en los puntos anteriores, caracterizado por el hecho de que el producto desecado se somete a una maduración hasta un contenido de humedad de unos 8-10%.

8°. Un procedimiento para preparar ácido tánico al éter con hojas de zumaque.

Tal y como se ha descrito y con los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid a 30 JUN. 1948
P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder
[Handwritten Signature]