

222018

P.13.329.

3935

222018

2 MAR 1955

-2-



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

a nombre de AKTIESELSKABET SCHOU-PALSGAARD, entidad danesa establecida en Juelsminde, Dinamarca, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CONCENTRADOS DE CAROTENO O DE CAROTENO".

El presente invento se refiere a perfeccionamientos aportados a la fabricación de concentrados de caroteno partiendo de materias vegetales que contengan caroteno y que encierran agua, de preferencia en cantidad considerable. Esta materia será llevada en adelante "materia vegetal".



222018

Se han propuesto diversos procedimientos de preparación de concentrados de caroteno o de caroteno partiendo de materias vegetales. Estos procedimientos comprenden una o varias fases para la retirada o para la fijación de toda el agua o de la mayor parte de este agua contenida por la materia vegetal de partida, antes de la formación o recuperación del concentrado de caroteno o antes de la extracción del caroteno. En un grupo de estos procedimientos, la retirada del agua exige un calentamiento prolongado de la materia vegetal a unos 100°C. a fin de evaporar el agua o de modificar la estructura celular de la materia vegetal de tal manera que el agua sea retirada en forma de líquido. Un calentamiento prolongado de la materia vegetal a unos 100°C. conduce a una conversión de al menos una gran parte de la forma enteramente "trans", fuertemente activa desde el punto de vista fisiológico, del beta-caroteno en la cual se encuentra presente este compuesto en la materia vegetal, en la forma "cis" del beta-caroteno, mucho menos activo fisiológicamente. En otro grupo de los procedimientos sugeridos, el agua que está presente en la materia vegetal está ligada por reacción con, o absorción por, o absorción sobre compuestos químicos añadidos, una cantidad relativamente grande de los cuales, debe ser empleada en vista del alto contenido en agua de la materia vegetal. Estos procedimientos son costosos y no permiten obtener las concentraciones de caro-



222018

teno sin extracción.

5 El objeto principal de la presente invención es obtener productos concentrados de caroteno o el caroteno partiendo de materias vegetales por un procedimiento en el que la mayor parte del agua presente en la materia vegetal de partida es absorbida sin calentamiento y de una manera sencilla y económica.

10 Otro objeto del invento es obtener de la materia vegetal y sin extracción, un concentrado de caroteno que contenga al menos la mayor parte del caroteno bajo forma de beta-caroteno enteramente bajo la forma "trans", que es particularmente útil como alimento para el ganado.

15 Se ha descubierto por experimentos que las propiedades físicas y químicas de las plantas vegetales frescas o de las partes de estas plantas que contienen caroteno, por ejemplo; la batata, las patatas dulces y más particularmente la zanahoria, son modificadas apreciablemente si se mezcla la materia vegetal, de preferencia en forma dividida, con una pequeña cantidad de 20 hidróxido de calcio, o de compuesto de calcio que por reacción con el agua, presente en la materia vegetal, se convierte en hidróxido cálcico. Este cambio de las propiedades físicas y químicas de la materia vegetal ocasionado por una proporción de calcio bajo forma de los citados compuestos de calcio, muy inferior a la cantidad 25 de calcio que se necesita para formar el hidróxido de



222018

5
10
calcio con el agua presente en la materia vegetal, tie-
ne por efecto que una parte muy grande de la fase acu-
sa de la mezcla se pueda separar en forma líquida de
la fase sólida, porejemplo, en una prensa o centrifuga-
dora, sin que sea necesario ningún calentamiento. El
residuo sólido así obtenido contiene prácticamente to-
do el caroteno de la materia vegetal bajo forma este-
reoquímica no modificada y tienen propiedades tales que
prácticamente todo el caroteno presente en el residuo
puede sin dificultades ser extraído con los usuales di-
solventes orgánicos de-1 caroteno. Los extractos de
caroteno así obtenidos poseen un alto grado de pureza
y contienen el caroteno bajo una forma estereoquímica
no modificada.

15
20
25
El invento está basado en estas experien-
cias y consiste en un procedimiento para la fabrica-
ción de concentrados de caroteno o el caroteno partiendo
de una materia vegetal que contenga caroteno y que con-
tenga agua, en el cual la materia vegetal de preferen-
cia bajo forma dividida, es mezclada con una pequeña
cantidad de hidróxido de calcio, o de otro compuesto cálcico que por reacción con el agua contenida en la ma-
teria vegetal se convierta en hidróxido cálcico, y lue-
go el agua de la mezcla obtenida se disminuye por re-
tirada de este agua bajo forma líquida.

Las zanahorias constituyen la materia ve-
getal más apropiada para el procedimiento según el pre-
sente invento, pero otras materias vegetales tales co-
mo el nabo o las patatas dulces podrán emplearse igual-



222018

mente. La proporción de calcio empleada bajo forma de hidróxido de calcio, o de otros compuestos de calcio, que ofrezcan la capacidad de reacción con el agua mencionada más arriba, y de los cuales el óxido de calcio es el ejemplo preferido en tanto que otros ejemplos están constituidos por el carburo de calcio y el nitruro de calcio, es mucho más pequeña que la cantidad de calcio que se necesita para la formación de hidróxido de calcio con el agua presente en la materia vegetal. Una proporción de aproximadamente el 2% en peso, calculada con relación al peso de la materia vegetal, de hidróxido de calcio o una proporción correspondiente de otros compuestos de calcio es en general suficiente y preferible y no es deseable emplear una cantidad superior al diez por ciento en peso. El hidróxido de calcio o el óxido de calcio son empleados de preferencia bajo la forma de polvo seco y se mezclan íntimamente con la materia vegetal subdividida. Sin embargo, el hidróxido de calcio y el óxido de calcio pueden emplearse igualmente bajo la forma de una suspensión acuosa y el hidróxido de calcio se puede emplear igualmente bajo la forma de una solución acuosa. La disminución del contenido en agua de la mezcla por retirada del agua en forma líquida se efectúa de preferencia bajo presión, y se recomienda el empleo de la presión más elevada posible a fin de obtener un residuo que contenga la cantidad de agua más pequeña posible. La retirada del agua bajo la forma líquida de



222018

la mezcla puede sin embargo igualmente de cualquier otra manera apropiada, por ejemplo, por centrifugación.

5 El residuo obtenido por el procedimiento de la presente invención que encierra prácticamente todo el caroteno de la materia vegetal bajo una forma estereoquímica no modificada, puede ser empleado como tal o bien después de desecación, como alimento para el ganado. El residuo tiene un valor de pH de aproximadamente 12 y esta fuerte reacción alcalina puede producir una descomposición o modificación estereoquímica del caroteno presente durante el almacenamiento o la desecación, sobre todo a temperaturas elevadas. Por consiguiente, se recomienda, a fin de aumentar la estabilidad del caroteno en el residuo, modificar la reacción

10 alcalina en una reacción ácida por la adición de materias de reacción ácida. Las sustancias preferidas para este objeto son el ácido fosfórico y/o el ácido fórmico, el primero en vista de la conversión simultánea del hidróxido presente en el residuo en fosfato cálcico que constituye un componente precioso de los alimentos para el ganado, y el segundo a causa de su poder reductor que contrarresta la descomposición del caroteno por oxidación. Un procedimiento preferido de acidificación y desecación del residuo consiste en una acidificación moderada, por ejemplo, a un valor de pH de aproximadamente 5 del residuo con el ácido fosfórico antes de

15 la desecación y en una nueva acidificación del resto

20

25



222018

seco con el ácido fórmico, por ejemplo, a un valor de pH de aproximadamente 3,5.

5 El residuo con reacción alcalina obtenido por el procedimiento de la invención o el residuo acidificado se puede emplear igualmente, después de seco si se desea, como materia prima en un procedimiento de extracción por medio de los disolventes usuales del caroteno, lo que permite obtener así concentrados de caroteno sin celulosa de los cuales se podrá recuperar el caroteno puro por una nueva extracción o nuevas extracciones.

10

El ejemplo que sigue hará comprender mejor el invento:

15 100 kilos de zanahorias frescas han sido cortados en rodajas o en trozos pequeños y son seguidamente mezclados con dos kilos de hidróxido cálcico en forma de polvo. Al someter esta mezcla en una prensa hidráulica a una presión de unas 400 atmósferas se han obtenido unos 13 kilos de un residuo sólido, que contiene aproximadamente 24% de agua. La solución acuosa retirada de la mezcla por esta presión se elevaba a unos 89 kilos y estaba prácticamente desprovista de todo caroteno. El residuo que tenía un valor de pH de aproximadamente 12 puede ser utilizado como alimento para el ganado o tratado o trabajado de una de las dos maneras siguientes:

20

25

A.- El residuo se mezcla con una cantidad de ácido fosfórico tal que su valor de pH sea



222018

aproximadamente 5, y en seguida el producto acidificado se desea a unos 100° C., hasta que no contenga más de un 20% de agua. El valor de pH del residuo seco se modifica entonces hasta aproximadamente 3,5 por adición de ácido fórmico.

5

El producto así obtenido contiene prácticamente todo el caroteno de las zanahorias bajo la forma estereoquímica original como beta-caroteno enteramente "trans" que constituye el caroteno más precioso desde el punto de vista fisiológico. El producto contiene igualmente fosfato cálcico y constituye por consiguiente un alimento de valor para el ganado.

10

B.- El residuo es extraído con gasolina y la gasolina es eliminada por evaporación del extracto así obtenido. Esto da un rendimiento de caroteno que no encierra celulosa y rico en beta-caroteno, enteramente bajo la forma "trans". El contenido en caroteno varía con la cantidad de caroteno presenta en las zanahorias empleadas y se encuentra comprendido entre 150.000 y 200.000 unidades internacionales por gramo. El rendimiento en caroteno está comprendido entre 90% y el 100 %, aproximadamente.

15

20

La masa de caroteno obtenida puede ser empleada para la fabricación de caroteno puro por los métodos usuales. El residuo de la extracción prácticamente desprovisto de caroteno que ha sido obtenido se puede emplear para la normalización de alimentos

25



E 2

222018

para el ganado preparados por el procedimiento descrito aquí, bajo el párrafo A.

5 La extracción del residuo puede efectuarse igualmente con aceites vegetales, obteniéndose así una solución de caroteno que se puede emplear en la fabricación de la margarina.

10 El residuo de reacción alcalina empleado para el procedimiento de extracción se puede reemplazar por el producto acidificado obtenido por el procedimiento descrito en el párrafo A.

15 La presente solicitud que corresponde a la presentada, en República Federal Alemana, con fecha 26 de Mayo de 1954, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención, propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

20 1a.- Un procedimiento para la fabricación de concentrados de caroteno o de caroteno partiendo de materias vegetales que contienen caroteno, y que encierran agua, en el cual la materia vegetal, con preferencia en forma dividida, se mezcla con una pequeña



222018

cantidad de hidróxido de calcio o de otro compuesto de calcio que por reacción con el agua de la materia vegetal es convertido en hidróxido de calcio, reduciendo luego el contenido en agua de la mezcla obtenida por retirada de este agua en forma líquida, con preferencia a presión, y, si se desea, el caroteno presente en el residuo así obtenido se recupera en forma de una mezcla que contiene caroteno, o en forma de caroteno, por un proceso de extracción.

10 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque el óxido de calcio es el compuesto de calcio usado, el cual, por reacción con el agua de la materia vegetal es convertido en hidróxido de calcio.

15 3º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, en el cual se emplea óxido o hidróxido de calcio en estado de polvo.

20 4º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el cual se emplea 2% de hidróxido de calcio en peso, calculado con relación al peso de la materia vegetal, o bien una cantidad correspondiente de un compuesto de calcio que por reacción con el agua de la materia vegetal se convierte en hidróxido de calcio.

25 5º.- Un procedimiento para la fabricación de un concentrado que contiene caroteno según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el cual la reacción del residuo que contiene el caroteno se cambia de un valor pH alcalino a un valor ácido por adición de una sustancia de reacción ácida.

30



22018

6º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 5º en el cual se emplea ácido fosfórico o ácido fórmico, o los dos, como sustancia de reacción ácida.

5

7º.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 5 6 6, en el cual se seca el residuo después de haber recibido una reacción ácida.

10

8º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 7, en el cual se emplea ácido fosfórico para la acidificación del residuo y se añade ácido fórmico al residuo seco.

15

9º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores en el cual la materia vegetal empleada está constituida por zanahorias subdivididas.

10º.- Un procedimiento para la preparación de concentrados de caroteno o de caroteno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

20

La presente Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid. 2 JUL 1955

P.A.

Alberto de Ezaburo
Por Poder