

229152

229152

11 JUN 1956

P.- 14.679

PH 13458.-



1956

MEMORIA DESCRIPTIVA  
 para solicitar  
 P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
 en  
 E S P A Ñ A  
 por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS'GLOBILAMPENFABRIEKEN, entidad holandesa, establecida en Elmasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

"METODO DE FABRICACION DE UNA SUSTANCIA NUTRITIVA PULVERULENTA A BASE DE HIGADO"

=====

Es sabido que los hígados de mamíferos, por ejemplo de vacas o ballenas o de peces, por ejemplo los de los tiburones, peces-espada, caballas y toninas son ricos en materia nutritiva valiosa, más en particular la vitamina A.

5 Consecuentemente, los referidos órganos han sido tratados en escala comparativamente grande para obtener, entre



otros aceites con contenido de vitamina A y también materia nutritiva.

La escasa estabilidad de la vitamina A en esta materia nutritiva generalmente se atribuye a la oxidación por el aire, mientras que la presencia en las células del hígado de enzimas que facilitan la oxidación, también puede ejercer una influencia detrimental.

Con el fin de aumentar la durabilidad de los hígados pulverizados secos, más en particular de las vitaminas incluídas en los mismos, se ha sugerido ya someter los hígados molidos a una etapa de extracción con agua tibia y de secar el residuo de extracción a la temperatura más baja posible en vacío.

La estabilidad comparativamente elevada de este producto se debe, presumiblemente, a la presencia de antioxidantes naturales en el residuo de extracción, y se cree que no se debe a la acción de la lecitina, compuesto que también está presente en el hígado (patente norteamericana Nº 2.375.501)

También es sabido que la durabilidad de hígados de pescado molidos que contienen vitamina y poco o nada de aceite, que puede ser eliminado fácilmente por el método de extracción o el método de compresión, puede aumentarse al mezclarse los hígados molidos con un material vegetal pulverizado seco. La estabilidad de esta materia nutritiva podría aumentarse aún más al cubrirse las partículas con una capa delgada de un coloide protector, tal como la gelatina (patente holandesa Nº 65.521).



Si bien como resultado de estas medidas aumenta la durabilidad de la vitamina A contenida en hígados secados con respecto a la oxidación al aire, la solicitante ha encontrado que es aconsejable mejorar la durabilidad de polvos de hígado estabilizados contra la acción de mezclas minerales o concentrados de proteína que facilitan la oxidación y que en la práctica generalmente son mezclados con los referidos polvos de hígado.

La solicitante primeramente sostenía la creencia que una solución satisfactoria podría encontrarse al mezclarse anti-oxidantes sintéticos con los polvos, usando por ejemplo 2.2-metilene-bis-4-metil 6 butilfenol terciario (llamado a continuación ionol) o N,N'-difenil parafenilene-diamina (llamada a continuación D.P.P.D.). Si bien se encontró una durabilidad aumentada de los polvos de hígado resultantes al ser mantenidos al aire, se encontró que la protección lograda era insuficiente si los polvos de hígado eran mezclados con mezclas de minerales o con forrajes.

Así, se ha encontrado que un polvo de hígado seco fabricado de 1050 gr. de hígado molido, que contenía 400 gr. de substancia seca y al cual se ha agregado 730% de ionol o 15% de D.P.P.D. (porcentajes calculados con respecto a la cantidad en peso del alcohol de vitamina A) y que luego fueron mezclados en estado seco con una mezcla de minerales en una relación de 1 : 200, después de haber sido mantenidos durante 1,5 meses al aire con una humedad relativa de 75%, todavía tenían un contenido de vitamina A que era solamente



14% y 41%, respectivamente del contenido de vitamina A. Una  
disminución similar del contenido de vitamina A se verificó  
cuando el polvo de hígado fué mezclado con un forraje. En dos  
5 polvos de hígado, a los cuales se agregaron los anti-oxidantes  
como tales, es decir que no fueron mezclados con minerales  
y lo similar, el contenido de vitamina A después de un  
almacenamiento de 1,5 meses, todavía era 84% y 79%, respectivamente,  
del contenido original.

Se ha encontrado ahora que polvos de hígado que  
10 son comparativamente resistentes a minerales y forrajes pueden  
fabricarse al dispersarse los hígados pulverizados en una  
solución acuosa que contiene un coloide gelatinizable, por ejemplo  
pectina, o albúminas tales como la gelatina, albúmina y también  
15 carbohidratos, y tratando luego esta dispersión para formar  
partículas sólidas pequeñas y secas.

Para llevar a cabo el método de acuerdo con la presente  
20 invención, pueden usarse hígados de mamíferos y de pescado.  
Los hígados de bacalao, ballena y toninas han resultado muy  
adecuados. Los hígados pueden ser triturados en molinos de  
muchos tipos distintos.

De acuerdo con la presente invención, tanto los hígados molidos  
25 como el jugo de hígado obtenido (un líquido acuoso) y los hígados  
pulverizados, cuyo jugo de hígado ha sido separado por filtrado,  
pueden dispersarse en la solución acuosa de un coloide gelatinizable  
y carbohidratos.

Pueden usarse distintos métodos ya conocidos para secar la  
dispersión acuosa para formar las partículas sólidas.



Por ejemplo, puede usarse una dispersión acuosa tibia líquida que contiene tal cantidad de un coloide gelatinizable que la dispersión se torna sólida a temperatura ambiente. Esta dispersión luego es pulverizada en un aceite que no se mezcla con la misma, por ejemplo un aceite vegetal o animal tal como aceite de araquis, aceite de soja, aceite castor o aceite de arenque. Las partículas se coagulan después de su formación y pueden recogerse de una manera simple y, si fuera deseable, pueden ser secadas. La etapa de secado puede llevarse a cabo, por ejemplo extrayendo las partículas recogidas con un líquido extractor de agua, por ejemplo etanol, metanol, propanol o acetona.

Para secar un líquido acuoso que contiene gelatina, en el cual está dispersado un aceite que contiene vitamina A, la patente estadounidense nº 2.218.592 describe un procedimiento adecuado. Como alternativa, las partículas pueden secarse en un chorro de aire caliente o sobre planchas calientes.

Un método muy ventajoso es aquel, en el cual la suspensión de partículas de hígado es pulverizada en un gas caliente, con el resultado de que las gotitas, inmediatamente después de haberse formado, se secan y forman pequeñas partículas sólidas.

La pulverización de un líquido acuoso que contiene gelatina o pectina y en el cual está dispersado un aceite que contiene vitamina A, en un gas caliente está descrita en la solicitud de patente holandesa Acta 157.829 y en la patente británica nº 657.579.



5 La estabilidad del polvo finalmente obtenido puede aumentarse aún al agregarse a la suspensión de partículas de hígado que deben ser secadas, uno o más anti-oxidantes, por ejemplo ionol, D.F.P.D. o sinérgicos, por ejemplo lecitina, ácido cítrico o ligantes metálicos, tales como sales alcalinas de ácido etilen-diamina tetra-acético.

EJEMPLOS:

10 Hígados de pescado son molidos en una picadora de carne y la pulpa obtenida es molida hasta alcanzar una finura mayor en una trituradora del tipo Kenwood. Luego, se agrega a la pulpa de hígado la misma cantidad en peso de una solución acuosa de gelatina, un carbohidrato y también una solución benzólica de un anti-oxidante, un sinérgico y un ligante metálico.

15 La dispersión así obtenida fué homogenizada durante un minuto, con el resultado de que el tamaño de las partículas de la fase heterogénea varía entre 1 y 20 micrones.

20 Esta dispersión fué atomizada o pulverizada a través de una abertura angosta de 3 mm de diámetro a una presión de 1,7 kg por cm<sup>2</sup> de un secador a pulverización, siendo la temperatura de admisión del aire seco entre 100°C y 160°C mientras que la temperatura de salida variaba entre 65°C y 76°C. El porcentaje de substancia seca en la dispersión pulverizada, antes de la pulverización, era aproximadamente  
25 25%.

La Tabla I indica la composición del polvo obtenido por pulverización para tres dispersiones. La Tabla II con-



tiene algunos otros datos. Las figuras se refieren tanto a los constituyentes anhidros como al producto final anhidro. Las figuras indican la cantidad en peso de la substancia contenida en 100 gr. del producto seco final.

5

TABLA I

	I	II	III
Polvo de hígado .....	18,2	16,1	17,9
Ionol .....	2,83	-	-
10 Porcentaje en peso de ionol calculado sobre la cantidad en peso de alcohol de vitamina A, expresado en % .....	730	-	-
D.P.P.D. ....	-	0,075	0,047
15 Cantidad por peso de D.P.P.D. calculado sobre la cantidad en peso de alcohol de vitamina A, expresado en % ,.....	-	28%	16%
Gelatina .....	29,4	31.-	31.-
20 Glucosa .....	44,3	47,2	45,6
$\text{Na}_2\text{HPO}_4$ .....	2,63	2,77	2,5
$\text{Na H}_2\text{PO}_4$ .....	2,2	2,38	2,12
Acido cítrico .....	0,11	0,125	0,1
25 Sal sódica de ácido etilene-diamina tetra-acético .....	0,33	0,35	0,31

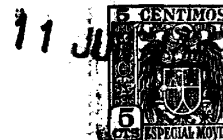


TABLA II

Porcentaje de Sustancia seca de la sustancia antes de la pulverización.		29%	27%	29%
5	<u>Resultado del análisis</u>	aprox.	aprox.	aprox.
	Contenido de grasa de la sustancia seca .....	11,6%	6,8%	6,7%
	Contenido de vitamina A calculado sobre la sustancia seca en IE/g .....	13,000	9,000	9,700
10	Contenido de vitamina A directamente extractable .....	6,3%	± 1%	± 1%
	Contenido de sustancia seca .	90,1%	84,5%	87,1%
	Peso específico .....	1,1	0,91	1,09
	Razón entre el peso y el volumen del polvo .....	0,59	0,46	0,56
15	<u>Imagen microscópica</u>			
	tamaño de las partículas en micrones .....	5-25	5-25	5-25

20 Se llevaron a cabo tres pruebas de durabilidad con los polvos así fabricados.

En las pruebas de acuerdo con la serie A, el producto como tal fué mantenido durante algún tiempo al aire de temperatura ambiente con una humedad relativa de 75%. Según la serie B, el polvo obtenido por pulverización fué diluído con una mezcla de minerales en una relación de 25 1 : 40. La mezcla de minerales tenía la composición siguiente: 41,23% de carbonado de calcio, 15% de hueso molido tra-



tado a vapor, 13% de fosfato de dicalcio, 20% de cloruro de sodio iodado, 10% de sulfato de magnesio, 0,5% de ferrosulfato, 0,15% de sulfato de cobre, 0,1% de sulfato de manganeso y 0,02% de sulfato de cobalto. Según la prueba de la serie C, el polvo de hígado fué mezclado en una relación de peso de 1 :40 con un forraje de la composición siguiente: 10% de harina de soja, 50% de harina de pescado, 20% de harina de sangre, 10% de harina de girasol, 15% de mezcla de minerales. La mezcla de minerales tenía la composición siguiente: 50% de carbonato de calcio, 32,5% de harina de hueso tratada a vapor, 15% de cloruro de sodio iodado, 1,6% de ferrosulfato, 0,3% de sulfato de cobre, 0,5% de sulfato de manganeso. Las mezclas de acuerdo con las series B y C fueron también mantenidas al aire de temperatura ambiente (humedad relativa 75%). Los resultados de las pruebas de almacenamiento con respecto a la variación del contenido de vitamina A para los tres preparados I, II y III, están indicados en la Tabla siguiente.

TABLA III

20	Preparación de composición I			Preparación de composición II			Preparación de composición III					
	Test tipo			Test tipo			Test tipo					
	A	B	C	A	B	C	A	B	C			
25	Contenido inicial de vitamina A			12.000	260	290	7.700	185	195	8.400	220	230
	Contenido de vitamina A después de un mes			11.100	200	220	6.900	155	145	7.950	185	180
				(93%)	(77%)	(76%)	(90%)	(80%)	(74%)	(96%)	(84%)	(78%)
	Contenido de vitamina A después de dos meses y medio			-	160	202	-	147	154	-	170	156
					(62%)	(70%)		(80%)	(79%)		(77%)	(68%)

229152



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 14 de Junio de 1.955, Núm. 198.047, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A  
.....

10

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

15 1ª.- Método de fabricación de una substancia nutritiva pulverulenta seca a base de hígado, caracterizado por comprender las etapas de dispersar hígados pulverizados en una solución acuosa de un coloide gelatinizable que también contiene carbohidratos, después de lo cual la suspensión acuosa es transformada en partículas sólidas secas de tamaño reducido.

20

25 2ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, con la particularidad de que la suspensión acuosa que tiene un contenido comparativamente elevado de un coloide gelatinizable y que contiene también carbohidratos en estado líquido, es pulverizada en un aceite que no se mezcla con la emulsión, con el resultado de que las partículas se coagulan inmediatamente después de su formación.

229152



11 JUN

3º.- Método de acuerdo con la reivindicación 2, con la particularidad de que las partículas sólidas son recogidas y secadas, por ejemplo por extracción con un solvente extractor de agua tal como una capa de alcohol alifático.

5 4º.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, con la particularidad de que la dispersión acuosa es pulverizada en un gas caliente con el resultado que las gotitas pulverizadas se secan formando pequeñas partículas sólidas inmediatamente después de formadas.

10 5º.- Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones que anteceden, con la particularidad de que los hígados pulverizados son dispersados en un líquido acuoso que contiene gelatina como el coloide gelatinizable.

15 6º.- Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones que anteceden, con la particularidad de que el líquido acuoso contiene un anti-oxidante, por ejemplo ionol y/o N,N'-difeníl-parafenile-diamina.

7º.- Método de fabricación de una sustancia nutritiva pulverulenta a base de hígado.

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

Esta Memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 11 JUN. 1956

25 P.A.V.  
Alberca de Elizaburu  
Por Poder.