

229273

29 OCT. 1956

P - 14.586

Rehecha I

229273



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

a nombre de HUMPHREYS MEDICINE COMPANY, INC., entidad norteamericana, establecida en 273 Lafayette Street, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

"PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION Y RECONSTITUCION
DE HAMAMELIS".

Este invento se refiere a la producción de Hamamelis y concierne más especialmente, a un procedimiento para la concentración y reconstitucion del Hamamelis.

En la producción y manipulación del Hamamelis se han encontrado dificultades para conseguir su amplia distribución y grandes mercados debido al volumen y peso del Hamamelis y de los envases. El Hamamelis es una mercancía de precio relativamente bajo puesto que una gran porción del mismo está constituida por alcohol y agua y, por lo tanto,



229273

tiene que competir en el mismo campo con otras mercancías de bajo precio por lo que su peso y volumen de embarque han hecho que su distribución, con excepción de los mercados comparativamente locales, constituye un problema difícil y un factor limitativo del desarrollo de una amplia distribución del Hamamelis.

Se han hecho varias tentativas para concentrar el Hamamelis por destilación a la presión atmosférica o por destilación en el vacío pero estas tentativas han fracasado debido a las características de la esencia de Hamamelis virginiana pues el destilado había perdido las características del Hamamelis. Otros han intentado obtener por concentración, extractos de Hamamelis virginiana pero esto no ha resultado práctico ya que era imposible reconstituir el concentrado para obtener un Hamamelis adecuado. Dado que el Hamamelis comercial contiene 14% de alcohol en volumen, no se consigue fácilmente la extracción con disolventes no miscibles con el agua. Por otra parte, la solución acuosa de Hamamelis (sin el 14% de alcohol usual en el Hamamelis comercial) puede ser extraída con ciertos disolventes. Sin embargo, los residuos, una vez eliminados los disolventes, que tenían olor a Hamamelis, eran insolubles en alcohol, agua y mezclas intermedias de alcohol y agua.

En la fabricación del Hamamelis, el principal procedimiento empleado consiste en cargar en grandes calderas las matas de Hamamelis virginiana recientemente



229273

5 cortadas y reducidas a pedazos del tamaño adecuado para ser
manejadas de modo conveniente. Después se hace pasar vapor por
las calderas y se recogen los destilados en un recipiente co-
mún. Por lo general, con el flujo de una de las calderas se
condensa alcohol etílico de modo que el destilado resultante
tiene un contenido de alcohol, en volumen, del 14%, aproxi-
madamente. Después de mezclar cuidadosamente los detila-
dos, se filtran y envasan en barriles de madera quedando
dispuestos para los usos comerciales.

10 Con el procedimiento del presente invento, se
ha encontrado la manera de concentrar la esencia de Hamamelis
virginiana y reconstituir después el producto a partir de
la esencia concentrada. El producto final obtenido de acuer-
do con el procedimiento de este invento y a partir del con-
centrado, compite favorablemente con el Hamamelis comer-
15 cial obtenido por los procedimientos normales. Para la obten-
ción de la esencia concentrada de Hamamelis virginiana, de
acuerdo con el procedimiento de este invento se utiliza
de preferencia el destilado acuoso de Hamamelis virginia-
na. El destilado acuoso de Hamamelis se introduce en un re-
20 cipiente provisto de agitador y condensador y se mezcla, den-
tro de dicho recipiente, con una sustancia adsorbente, tal co-
mo el carbón activado, de preferencia en la proporción de un
décimo de un uno por ciento a un uno por ciento de carbón ac-
25 tivado (peso a peso) en el destilado acuoso de Hamamelis vir-
giniana. Los ingredientes se revuelven y mezclan durante un
periodo de más de cinco minutos y preferiblemente, de unos 30



229273

minutos aproximadamente, a la temperatura ambiente pues se ha visto que no es necesario calentar y el Hamamelis es adsorbido fácilmente por el carbón activado a temperatura comprendidas entre la ambiente y los 100°C. La suspensión de carbón
5 activado es separado después del líquido por cualquiera de los procedimientos usuales, tal como centrifugación o filtración. El adsorbente odorante de carbón resultante, que está en forma de torta habrá adsorbido la esencia del destilado acuoso de Hamamelis virginiana y puede entonces ser
10 envasado en recipientes impermeables al aire, para su expedición o almacenaje.

Alternativamente, puede hacerse pasar el agua de Hamamelis a través de un lecho de carbón, por ejemplo, en una columna, para obtener el adsorbente odorante de
15 carbón. Según sea la eficacia de la instalación empleada en particular, pueden ser necesarios uno, dos o tres ciclos para la total extracción de la esencia de Hamamelis virginiana contenida en el agua de Hamamelis.

Si bien se ha comprobado que la esencia permanece estable en la torta de carbón durante largos periodos de tiempo cuando se almacenan al aire libre y a la temperatura ordinaria, es preferible conservar el adsorbente en recipientes herméticos para evitar la adsorción o absorción de
20 olores extraños que pudieran afectar a la esencia de Hamamelis virginiana. La esencia de Hamamelis virginiana adsorbida por el carbón activado y almacenada como se indica antes, se conserva estable y concentrada después de varios meses de
25



229273

almacenaje. El adsorbente empleado en este procedimiento es, de preferencia, carbón activado aunque se ha visto que otros carbones, tales como el carbón de madera, el carbón animal y el carbón de sauco en polvo también adsorben la esencia de Hamamelis virginiana. El carbón adsorbido, preparado como antes se indica, puede ser almacenado para su uso ulterior o puede ser expedido a todas partes del mundo en donde puede ser reconstituido. La expedición del carbón adsorbido es tan económica y sencilla que la distribución queda facilitada en grado extremo.

Para reconstituir el Hamamelis a partir del adsorbato odorante de carbón, de acuerdo con el procedimiento de este invento, se lava el adsorbato mezclándolo con etanol de 95% en un recipiente provisto de condensador. La mezcla puede hacerse a la temperatura ambiente pues se ha visto que la extracción de la esencia de Hamamelis virginiana contenida en el adsorbato tiene lugar fácilmente a temperaturas comprendidas entre la ordinaria y los 78°C, punto de ebullición del alcohol. La extracción se termina rápidamente y la mezcla del etanol con el adsorbato solo requiere diez minutos o más. Se ha visto que la extracción es completa en una hora. Las proporciones recomendadas para la fase de extracción son, aproximadamente, 70 litros de etanol de 95% o de alcohol de grano de 95% para 1,15 Kgs. del adsorbato odorante de carbón, a base de producto seco. Una vez terminada la mezcla, se recoge el líquido por filtración o por centrifugación para obtener la torta seca de carbón. Una vez seca



195

229273

la torta de carbón, se lava con 350 litros de agua y se separa el agua de lavado de la torta de carbón. El agua de lavado y el alcohol se combinan para dar un Hamamelis con un 15% de alcohol, aproximadamente, y que tiene las características de la esencia de Hamamelis virginiana.

En la fase de elución se ha empleado etanol de 95% pero es obvio que puede ser variado el porcentaje de pureza de este ingrediente. Se ha extraído Hamamelis del adsorbato con concentraciones de alcohol tan bajas como del 50%. Se estima, sin embargo, que los mejores resultados se consiguen empleando etanol de 95%.

Las muestras de Hamamelis extraídas, preparadas de acuerdo con este invento se comparan favorablemente con el Hamamelis comercial cuando la comparación fué hecha por catadores expertos muy competentes y por observadores que no tenían entrenamiento especial en cuestión de esencias.

Dado que el adsorbato odorante de carbón conteniendo la esencia de Hamamelis tiene que ser almacenado bien durante el transporte o antes de la elución, ha sido investigada la cuestión de su estabilidad. Se ha visto que las muestras de adsorbato de Hamamelis almacenadas en los botes corrientes con cierre a rosca, conservados a temperatura y humedad sujetas a las variaciones normales, no presentan al ser reconstituídas, pérdida apreciable de esencia de Hamamelis.

Un ejemplo de la producción del adsorbato, es el siguiente:



229273

Un recipiente de 120 litros provisto de condensador, fué cargado con 20 kilogramos de planta de Hamamelis y 40 litros de agua. Después de un reposo de 12 horas, se enfiadieron ptros 10 litros de agua y se destiló la mezola.

5 Se recogió el destilado que es lo que constituyó el agua de Hamamelis. Se comprobó que este agua de Hamamelis era estable y no presentaba pérdida de esencia o inestabilidad después de un almacenaje de varios meses a la temperatura ambiente. Por adición, aproximadamente, de 15 ml. de etanol a 95% a 85 ml. de agua de Hamamelis, se obtuvo un producto similar al Hamamelis comercial.

10

Para obtener el adsorbato odorante de carbón, se pusieron en un recipiente provisto de condensador 450 litros de agua de Hamamelis y se mezclaron con 1,15 Kgs. de carbón activo procedente de lignito. El carbón fué mantenido en suspensión agitándolo en el seno del agua de Hamamelis durante unos 30 minutos a la temperatura ambiente. La mezola fué colocada después en una centrifugadora para separa el líquido del carbón activado. El carbón que ha-

15

20

bía adsorbido la esencia de Hamamelis queda ya dispuesto para ser almacenado o transportado. El líquido restante, separado del adsorbato odorante de carbón, se retenía cantidad alguna de esencia de Hamamelis virginiana.

Para la reconstitución del hamamelis a partir de la torta de carbón obtenida anteriormente, se agita la torta de carbón en un recipiente que contenía 70 litros de etanol de 95% durante veinte minutos a la temperatura ordi-

25



220273

neria. La mezcla fué separada después por filtración y la
torta de carbón lavada con 380 litros de agua. El filtra-
do alcohólico y el agua de lavado fueron combinados después
para dar un Hamamelis con un contenido en alcohol entre 14%
5 y 15% y que tenía las características de la esencia de Hama-
melis.

Si la cantidad de alcohol ha quedado reduci-
da, por evaporación, a menos del 14% en volumen, puede aña-
dirse más para llevar la concentración al 14% requerido.
10 Después de la reconstitución queda poco o ningún olor a ha-
mamelis en la torta de carbón.

En otro ensayo, se cargaron 450 litros de agua
de hamamelis en un recipiente provisto de condensador y se
mezclaron con 0,9 Kgs. de carbón activo procedente de car-
15 bón mineral, a la temperatura ordinaria y durante 60 minutos.
La mezcla fué filtrada después por un filtrador-prensa y se
obtuvo una torta de carbón que había absorbido la esencia del
agua de hamamelis. La torta de carbón fué deshidratada des-
pués haciendo pasar aire seco a su través mientras estaba
20 en el filtro-prensa. Se comprobó que la esencia de hamamelis
había desaparecido del agua de hamamelis. Después de esto,
la torta de carbón quedó lista para ser almacenada o transpor-
tada, según se desease.

Para reconstituir el hamamelis a partir de la
25 torta de carbón obtenida como antes se explica, la torta de
carbón conteniendo la esencia de hamamelis adsorbida, fué
transferida a un depósito cerrado de 90 litros en donde se



229273

le añadieron 62 listros de alcohol de grano de 9%. La sus-
pensión fué agitada energicamente durante 10 minutos a 40°C
La papilla resultante fué colocada en un filtro-prensa y el
filtrado recogido en un depósito. La torta de carbón fué
5 secada haciendo pasar aire seco a su través y lavada des-
pués con 380 litros de agua. Se comprobó que la torta no
tenía olor a hamamelis ni a alcohol. Los filtrados y el
agua de lavado fueron mezclados a fondo. La solución resul-
tante resultó ser un hamamelis reconstituido con un conte-
10 nido en alcohol del 17% aproximadamente y que tenía el olor
característico del hamamelis. El hamamelis reconstituido
era transparente e incoloro y tenía el olor y sabor del ha-
mamelis.

No se ha puesto bien en claro si el proceso
15 es de adsorción o de absorción pero no es necesario discrimi-
ninar el mecanismo para llevar a cabo el procedimiento. Sin
embargo, por conveniencia, nos referimos aquí al proceso
como si fuera de adsorción.

Los ejemplos dados en la descripción anterior
20 sólo lo han sido a título ilustrativo y no deben ser consi-
derados como limitaciones de los procedimientos. Mediante
este invento, el Hamamelis puede ser extraído y reconstitui-
do de tal manera que quedan eliminados muchos de los proble-
mas de su distribución mundial, que han estorbado la amplia
venta de los productos del Hamamelis. Adsorbiendo la esen-
25 cia de Hamamelis por un material adsorbente de poco peso,
como es el carbón activo, la esencia puede ser almacenada



229273

omexportada en recipientes pequeños y ligeros para ser utilizados en todas las partes del mundo, bien para su reconstitución en Hamamelis o para su empleo para fines aromatizantes. De esta manera, se evitan el coste de los recipientes caros que son usados para el Hamamelis y los elevados gastos de expedición y almacenaje. Además, hay muchos países en los que los derechos de aduana de productos como el Hamamelis se calculan por el peso, incluyendo el de los envases y los elevados derechos que así resultaron, impiden el empleo del Hamamelis en tales paisajes. Por el contrario, los derechos de aduana y coste de flete y almacenamiento se reducen en una gran cuantía con la exportación de adsorbatos ligeros de carbón que pueden ser extraídos dentro de cada país o en o cerca de los mercados locales próximos.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 28 de Octubre de 1955, bajo el Número 543.610, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

20

=000= N O T A =000=

Los puntos de invención propia y nueva que



229273

se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1º. - El procedimiento de extracción y reconstitución de Hamamelis, que consiste en mezclar carbón activo con agua de hamamelis durante un periodo de tiempo suficiente para que el carbón adsorba del agua la esencia de hamamelis, en separar del líquido el adsorbente odorante de carbón, en elucir la esencia de hamamelis del adsorbato de carbón mezclando dicho adsorbato con etanol, en separar del carbón la solución eluída y en añadir agua a la solución eluída.

15 2º. - El procedimiento de extracción y reconstitución de Hamamelis que consiste en mezclar carbón activo con agua de hamamelis durante un periodo de tiempo suficiente para que el carbón adsorba del agua la esencia de hamamelis, en separar del líquido el adsorbato odorante de carbón, en elucir la esencia de hamamelis del adsorbato odorante de carbón, mezclando dicho adsorbato con etanol de 95%, en separar del adsorbato de carbón la solución eluída y en añadir agua a la solución eluída.

25 3º. - El procedimiento de extracción y reconstitución de Hamamelis que consiste en mezclar carbón activo con agua de hamamelis durante un periodo de tiempo suficiente para que el carbón adsorba del agua la esencia de hamamelis, en separar del líquido el adsorbato odorante de carbón, en extraer la esencia de hamamelis del adsorbato



229273

te para que el carbón adsorba del agua la esencia de hamamelis, en separar del líquido el adsorbato odorante de carbón, en eluir la esencia de hamamelis del adsorbato odorante de carbón mezclando dicho adsorbato con etanol durante un periodo de 60 minutos aproximadamente, en separar del carbón la solución eluída y en añadir agua a la solución eluída.

10^o. - El procedimiento de extracción y reconstitución de hamamelis que consiste en mezclar carbón activo con agua de hamamelis en una proporción aproximada de 3/10 de 1^o de carbón activo, pero a peso, durante un periodo no superior a 120 minutos para que el carbón activo adsorba la esencia de hamamelis, en separar del líquido el carbón adsorbido, en reconstituir el hamamelis mezclando el carbón adsorbido con etanol durante 30 minutos, aproximadamente, para extraer del adsorbato de carbón la esencia de hamamelis, en separar del carbón la solución eluída, y en añadir agua suficiente a la solución eluída para obtener un hamamelis que contenga, aproximadamente, 14% de etanol.

11^o. - El procedimiento de reconstituir el hamamelis a partir de un adsorbato odorante de hamamelis en carbón que consiste en eluir la esencia de hamamelis del adsorbato mezclando dicho adsorbato con etanol, en separar del carbón el etanol eluído y en añadir agua al etanol eluído.

12^o. - El procedimiento de reconstituir el hamamelis a partir de un adsorbato odorante de carbón de hamamelis que consiste en extraer del adsorbato la esencia de hamamelis mezclando dicho adsorbato con etanol durante un pe-



229273

ricado superior a cinco minutos, en separar del carbón el etanol eluido y en añadir agua al etanol eluido.

13^a. - El procedimiento de la reivindicación 11, en el cual se emplea etanol de 95% en lugar de etanol.

5 14^a. - El procedimiento de la reivindicación 11, en el cual se emplea alcohol acuoso que contenga 50% o más de etanol en lugar de etanol.

10 15^a. - El procedimiento de la reivindicación 11, en el cual se emplea alcohol de grano en lugar de etanol.

16^a. - El procedimiento de la reivindicación 12, en el cual se emplea etanol de 95% en lugar de etanol.

15 17^a. - El procedimiento de la reivindicación 12, en el cual se emplea alcohol acuoso que contenga 50% o más de etanol en lugar de etanol.

18^a. - El procedimiento de la reivindicación 12, en el cual se emplea alcohol de grano en lugar de etanol.

20 19^a. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual el adsorbato odorante de carbón es desecado después de ser separado del líquido.

20^a. - El procedimiento de la reivindicación 2, en el cual el adsorbato odorante de carbón es desecado después de ser separado del líquido.

25 21^a. - El procedimiento de la reivindicación 3, en el cual el adsorbato odorante de carbón es desecado después de ser separado del líquido.

22^a. - El procedimiento de la reivindicación

29
229273



4, en el cual el adsorbato odorante de carbón es desecado después de ser separado del líquido.

23^a. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual se emplea carbón vegetal en lugar de carbón activo.

5
24^a. - El procedimiento de la reivindicación 2, en el cual se emplea carbón vegetal en lugar de carbón activo.

25^a. - El procedimiento de la reivindicación 3, en el cual se emplea carbón vegetal en lugar de carbón activo.

10
26^a. - El procedimiento de la reivindicación 4, en el cual se emplea carbón vegetal en lugar de carbón activo.

27^a. - El procedimiento de la reivindicación 10, en el cual se emplea etanol de 95% en lugar de etanol.

15
28^a. - El procedimiento de la reivindicación 10, en el cual se emplea alcohol acuoso que contenga 50% o más de etanol en lugar de etanol.

29^a. - El procedimiento de la reivindicación 10, en el cual se emplea alcohol de grano en lugar de etanol.

20
30^a. - El procedimiento de producir un adsorbato odorante de carbón de hamamelis, que consiste en mezclar carbón activo con aguado hamamelis durante un periodo de tiempo suficiente para que el carbón adsorba del agua la esencia de hamamelis y en separar del líquido el adsorbato odorante de carbón.

25
31^a. - El procedimiento de producir un adsorbato odorante de carbón de hamamelis que consiste en mezclar carbón activo con agua de hamamelis durante un periodo superior a

29



229273

cinco minutos y en separar del líquido el adsorbato odorante de carbón.

32a. - Procedimiento de extracción y reconstitución de hamamelis.

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

Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.-

Madrid, 28 OCT. 1956

P. A.

Alberto de Elizaburu