

Ref.: 57.347

O.G. 10.332 TL/.



15

301037

PATENTE DE INVENCION

---

---

301037

M E M O R I A     D E S C R I P T I V A

S o b r e :

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ACIDO INOSITESAFOFORIDO,  
SUS SALES ACIDOS E INOSITOLO, ASI COMO COMPOSICION TAM-  
PON A BASE DE TAL ACIDO Y DE SU SAL SODICA".

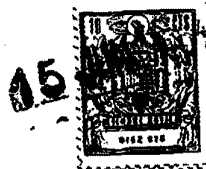
-----

Solicitante: D. Maria Vittorio VENTURI, de nacionalidad  
italiana, con domicilio en Via Fontana, nº 20  
MILAN (Italia).-

-----

Inventor: El solicitante.-

-----



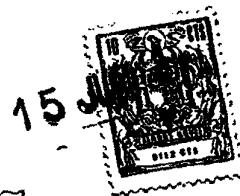
301037

El presente invento se refiere sobre todo a un procedimiento para preparar industrialmente: el ácido inositesafosfórico y sus sales ácidas, así como el inosítolo de tal ácido; el invento abarca también un procedimiento para el tratamiento de sustancias alimenticias mediante el empleo de composición tampón a base de ácido inositesafosfórico y de sus sales sódicas, potásicas, etc.

Más exactamente, el invento se refiere a la obtención por vía rápida y económica del ácido inositesafosfórico y de sus sales ácidas, neutras o alcalinas para uso industrial, a partir de la cascarilla del arroz; el invento comprende además la transformación del ácido inositesafosfórico en el alcohol correspondiente; finalmente, el invento incluye un procedimiento tampón para clarificar y estabilizar mostos, vinos, vinagres y sustancias alimenticias en conserva, mediante eliminación de las sales de hierro, cobre, calcio, magnesio, bario y similares contenidos en tales sustancias sin efectos desfavorables en la acidez o repercutiendo en el sentido deseado.

Se sabe que la preparación industrial del ácido inositesafosfórico y de sus sales ácidas comporta una serie bastante numerosa de fases, once precisamente, que se enumeran a continuación:

- 1) Extracción ácida de la cascarilla de arroz (maceración);
- 2) Filtración;
- 3) Tratamiento del filtrado con álcalis;
- 4) Acidificación hasta la disolución;
- 5) Nueva filtración;
- 6) Tratamiento del filtrado con cloruro férrico;
- 7) Filtración y lavado;



301037

- 8) Tratamiento con hidrato sódico;
  - 9) Separación del hidrato férrico por filtración;
  - 10) Tratamiento del filtrado con resinas de intercambio catiónicas;
5. 11) Concentración.
- Basta omitir una sola de estas fases para que no se obtenga el producto deseado.
- Ahora se ha comprobado con sorpresa que se puede reducir en gran medida la complejidad del tratamiento descrito metiendo en el tratamiento la resina catiónica de intercambio inmediatamente después de las tres primeras fases; por consiguiente, el procedimiento propuesto por el invento consiste:
- 1) En la extracción ácida de la cascarilla de arroz (maceración) con modalidades generales y conocidas;
15. 2) Filtración, que se ha de hacer según técnicas conocidas ya;
- 3) Tratamiento del filtrado con álcalis según metodología conocida, y finalmente
20. 4) Tratamiento del producto obtenido con resina catiónica.
- El producto obtenido con este procedimiento equivale substancialmente, a los fines de su empleo industrial, al producto obtenido mediante el más complejo procedimiento que abarca once fases distintas que aquí se reducen a cuatro solamente.
25. Según el invento, el producto que se obtiene de la descationización completa con resina catiónica, es decir, el ácido inositaefosfórico puede someterse a hidrólisis ácida, en caliente y bajo presión o bien a presión ordinaria para la obtención del inositol. Está previsto también el empleo de un ácido inositaefosfórico obteni-
- 30.

301037



do por camino distinto del mencionado.

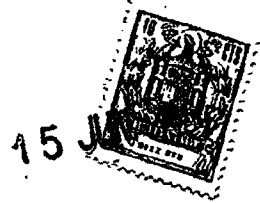
Respecto a la obtención del inositol para uso industrial, se emplea hoy un empleo con las siguientes fases:

5. 1) Hidrólisis ácida (ácido fosfórico) en caliente y bajo presión del inositesafosfato de calcio y magnesio;
- 2) Neutralización de la masa de hidrólisis con álcalis;
- 3) Separación del paño formado y constituido por fosfatos y sulfatos;
10. 4) Lavado de éste último, y
- 5) Cristalización repetida del producto obtenido.

- Con la sustitución por ácido inosifosfórico de la sal relativa como producto de partida, se simplifica notablemente el procedimiento; en efecto, en la primera fase de saponificación del ácido, en caliente y a presión, o bien a presión ordinaria (fase que no exige la presencia de ningún ácido) se pasa directamente a la cristalización, que se simplifica notablemente por el motivo de que
20. en la masa de saponificación la única fase cristizable está constituida por inositol.

- Otro aspecto del presente invento se refiere a un procedimiento basado en el empleo del ácido inositesafosfórico y de su sal sódica para clarificar y estabilizar mostos, vinos, vinagres y sustancias alimenticias en conserva, después de la total eliminación de las sales de
25. hierro, cobre, calcio, magnesio, bario y similares contenidos en tales sustancias.

- Este aspecto particular del invento trata de
30. eliminar el contenido catiónico de tales sustancias, cuya presencia y exceso perjudica la estabilidad de tales



301637

substancias determinando enturbiamientos, alteraciones y precipitaciones tardías.

Al objeto de prevenir la retrasada formación de precipitados, se han experimentado en la industria

5. vinícola diversas composiciones, entre ellas: el secuestre no (etilendiaminotetracetato bisódico), el ferrocianuro de potasio, el ácido mesotartárico, el inositesafosfato de calcio y magnesio (fitato). Todos estos productos son insatisfactorios para uno o para otro; así, en efecto, el
10. etilendiaminotetracetato sódico secuestra las sales de calcio, bario y similares y, en ciertas condiciones, las de hierro, las cuales, sin embargo, no precipitan sino que permanecen en soluciones indisociadas e imprecipitables, causando un aumento de las cenizas, un aumento en el residuo
15. fijo y alteraciones organolépticas; el eventual exceso del producto podría además afectar a los mismos iones de los líquidos orgánicos con los que se pone en contacto. El ferrocianuro potásico tiene en cambio el inconveniente de precipitar el hierro sólo parcialmente y precisamente el
20. trivalente; con el hierro bivalente forma un compuesto soluble que queda en solución en el vino y que con el tiempo provoca la aparición de una desagradable coloración azulada; además también las sales de potasio pasan obviamente a la solución (vino) por efecto de la reacción de doble cambio.
25. El ácido mesotartárico produce la precipitación del calcio solamente, pero no cuantitativa, y determina un aumento de la acidez total. El inositesafosfato de calcio y magnesio insoluble da lugar a la formación de compuestos insolubles (que precipitan) con el hierro bivalente y trivalente, y con cobre, manganeso, calcio, magnesio,
30. bario. El hierro precipita para valores del pH comprendidos entre 1 y 9,5; el calcio y el magnesio entre 3,5 y 14.

15 JUN  
301037



Como, por ejemplo, en los mostos y en los vinos el pH está comprendido entre 2,5 y 3,5, se tendrá en un primer tiempo la precipitación del hierro y sólo sucesivamente la del calcio y del magnesio.

5. En estas condiciones se puede verificar, como con secuencia de la eliminación de iones básicos, un aumento de la acidez total y de la libre. Este aumento de la acidez altera las propiedades organolépticas (sabor, olor, color) del producto, influye en la función digestiva y provoca sucesivas alteraciones en el vino o en las sustancias alimenticias en conserva.

10. El invento se propone impedir tal aumento de acidez y a este objeto se utilizan ácido inositesafosfórico en debido equilibrio con la correspondiente sal de sodio, sistema tampón éste que tiene la propiedad de ejercer una eficaz acción precipitadora, sin intervenir en el equilibrio hidrogeniónico y no provocando por tanto un aumento de la acidez total o fija, ni acidez volátil, ni residual ni aumento de cenizas. Según el invento, el sistema se emplea con preferencia, cuando no exclusivamente, haciéndose absorber previamente en un soporte absorbente como la alúmina (monómera o dímera) sus derivados o sacarosa, ésta última en el caso de empleo de mermeladas, confituras y zumos de fruta.

15. Con esta solución, es decir, con la absorción del producto activo en soporte adecuado, se tiene una mejor conservabilidad del tampón respecto al tiempo y se obtiene una mejor dispersión y precipitación en las condiciones de empleo.

20. Ejemplo 1

Este ejemplo se refiere a la preparación del ácido inositesafosfórico y de sus sales ácidas.



301037

- Kg. 100 o más de cascarilla se tratan con cuatro o cinco veces el propio peso de agua, a ser posible deionizada en cuba de madera o de gres; se mezcla bien hasta que la cascarilla quede bien bañada mediante palas de maná o agitadores mecánicos; se añade mezclando ácido sulfúrico o clorhídrico diluidos hasta tener reacción ácida al congo (pH = 4 aproximadamente) evidenciable con los papelitos indicadores; se deja, mezclando de vez en cuando a contacto durante 3-4 horas; se filtra con cualquier sistema de filtrado y se quita y exprime la cascarilla residual. El filtrado se neutraliza con lechada de cal o con sosa; se deja en reposo durante 30'-60' y se filtra al vacío o por centrifugación o por filtro prensa. El paño de inositesafato de calcio y magnesio calculado al 100% a partir de
5. 100 Kg de cascarilla de arráz será igual a unos 6 Kg y húmedo será igual a 25-30 kg en relación al tipo de filtración. Se lava en el mismo filtro hasta que el agua de lavado quede libre de catión. El producto así obtenido se
15. lleva a la cuba de madera y se amasa con la cantidad querida de resina catiónica. Se entiende por cantidad querida la cantidad de resina activada capaz de secuestrar todo el calcio y magnesio. La cantidad de calcio y magnesio y por tanto la cantidad de ácido inositesafosférico puede tomarse del análisis del paño, que se puede efectuar bien por peso pesando el inositesafosfato férrico obtenido por precipitación en fase clorhídrica con  $FeCl_3$  o bien por volumetría, es decir, graduando la solución clorhídrica con  $FeCl_3$  graduado, indicador KCNS, o bien aún por tratamiento de la solución clorhídrica con exceso de  $FeCl_3$  graduado y previa filtración, graduación del  $FeCl_3$  en exceso en
20. el filtrado con Titriplex III M/1000 indicador sulfosalicílico. La mezcla de resina catiónica y de inositesafato
25. 30.



301037

- de calcio y magnesio inicialmente semisólido, asume características líquidas según va avanzando la reacción secuentran te por parte de la resina; cuando una pequeña alícuota de la masa líquida filtrada, diluida y alcalinizada no precipita, significa que ya se ha producido la reacción; se filtra: El filtrado está constituido por ácido inositesafosfórico que se puede refiltrar en carbón activo o con cualquier masa filtrante para tenerlo en el estado de mayor pureza, o bien calentar lentamente, enfriar y filtrar para separar las eventuales sustancias protéicas presentes. Se puede concentrar al vacío siempre que se desee obtenerlo al estado de mayor concentración. El ácido inositesafosfórico así obtenido puede estar pronto para el uso o puede ser vuelto al ciclo, es decir, puede servir para elegir otro inositesafosfato de calcio y magnesio procedente, como se ha dicho, de la cascarilla y tratar el todo aún con resina catiónica.

Las relaciones son las siguientes:

- 100 Kg de cascarilla de arríz ----- 6-8 kg inositesafosfato  
 calcio y magnesio calculador 100% ----- 25-30 kg inositesafosfato  
 Calcio y magnesio calculados t.q.  
 6-8 kg de inositesafosfato calcio y magnesio -----  
 4700-6400 kg de ácido inositesafosfórico calculados al 100%. Los rendimientos dependerán en gran parte del tipo de cascarilla y por consiguiente del terreno de procedencia, de los factores climáticos, etc.

Ejemplo 2

- Este ejemplo se refiere a la obtención del inositol a partir del ácido inositesafosfórico.

La hidrólisis ácida y alcalina del inositesafosfato de calcio o magnesio constituye el método de preparación del inositol. La hidrólisis ácida es la más frecuen



301037

temente seguida y consta de las siguientes fases a partir de la cascarilla de arroz:

Cascarilla de arroz ----- inositesafosfato de calcio y magnesio ----- inosítolo;

5. Las proporciones teóricas son a grandes líneas las siguientes:

Cascarilla de arroz, 100 kg ----- 6-8 kg de inositesafosfato calcio y magnesio ----- 1300-1700 kg de inosítolo.

10. La hidrólisis deberá hacerse a temperaturas de 180°-190°C y por tanto a presión. Esto lleva una alteración física del inosítolo parcial, que se hace levógiro o dextrógiro, es decir, ópticamente activo, es decir, biológicamente inactivo.

15. Se sabe, en efecto, que la forma biológicamente activa del inosítolo es la estereoisómera del inosítolo inactivo sobre luz polarizada por compensación interna.

20. La preparación del inosítolo a partir del ácido inositesafosfórico puede hacerse por ebullición del mismo a presión ordinaria y no lleva ninguna alteración física del mismo.

Los rendimientos son casi los teóricos, Precisamente: 660 g. de ácido inositesafosfórico dan 180 g. de mescolita.

### Ejemplo 3

25. Este ejemplo se refiere a la preparación del tampón.

El tampón por tratamiento de los vinos consta del siguiente equilibrio:

30. a) Acido inositesafosfórico en presencia de su sal sódica.

b) Inositesafosfato ácido de sodio.



301037

Los dos sistemas son casi coincidentes. En efecto, en el primero tenemos el ácido libre en presencia de su sal sódica, precisamente a los 12 hidrógenos ácidos sustituibles del ácido se enfrentan 12 átomos de sodio de su sal sódica. El sistema resultante será casi neutro.

En el segundo tenemos una salificación parcial en la misma molécula -en los dos ejemplos la proporción H/Na permanece inalterada.

El objeto del sistema tampón, como agente desmetalizante, consiste en el hecho de no incidir en el pH del medio (vinos-mostos), de no incidir en las cenizas y no llevar en el medio metales alcalinotérreos destinados a precipitar. La preparación se efectúa por salificación parcial dirigida al ácido inositesafosfórico.

15.

N O T A

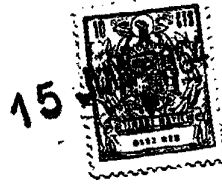
La Patente de Invención que se solicita en España por veinte años, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ACIDO INOSITESAFOSFORICO, SUS SALES ACIDOS E INOSITOLÓ, ASI COMO COMPOSICION TAMPON A BASE DE TAL ACIDO Y DE SU SAL SODICA", con prioridad de las demandas de Patentes en Italia números 36.087, 38.734 y 38.855, de fechas 14 de Junio 1.963, 6 de Septiembre 1.963 y 11 de Septiembre 1.963, respectivamente, según las características esenciales de las siguientes:

25.

R E I V I N D I C A C I O N E S

1º.- Procedimiento para preparar ácido inositesafosfórico, sus sales ácidos e inosítolo, así como composición tampón a base de tal ácido y de su sal sódica, caracterizado por el hecho de que consiste en la extracción ácida de la cascarilla de arroz (maceración); en la filtración sucesiva; en el tratamiento del filtrado con álcalis y, finalmente, en la decationización mediante resinas catiónicas.

30.



2<sup>a</sup>.- Procedimiento para preparar ácido inositafo-  
fórico, sus sales ácidos e inosítolo, así como composición  
tampón a base de tal ácido y de su sal sódica, según la rei-  
vindicación 1<sup>a</sup> o independiente de ella, para obtener el ino-  
sítolo, caracterizado por el hecho de que el ácido inosite-  
safosfórico es saponificado en caliente a presión ordinaria  
o a presión y la masa de saponificación es sometida a cris-  
talización.

3<sup>a</sup>.- Procedimiento para preparar ácido inositesafos-  
fórico, sus sales ácidos e inosítolo, así como composición  
tampón a base de tal ácido y de su sal sódica, según la rei-  
vindicación 1<sup>a</sup> o independientemente de ella, caracterizado  
por el hecho de que para clarificar y estabilizar mostos,  
vinos, vinagres y sustancias alimenticias conservadas se  
emplea el ácido inositesafosfórico en unión con su sal sò-  
dica.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento para preparar ácido inositesa-  
fosfórico, sus sales ácidos e inosítolo, así como composi-  
ción tampón a base de tal ácido y de su sal sódica, según  
la reivindicación 3<sup>a</sup>, caracterizado por el hecho de que la  
composición tampón (ácido inositesafosfórico y su sal sódica)|  
son absorbidos o menos en apoyo inerte, por ejemplo alúmi-  
na (dímera o monómera) o sus derivados, o bien en sacarosa  
y similares empleando una solución de tales productos, y  
por el hecho de que la precipitación de la carga catiónica  
se obtiene introduciendo el producto obtenido en la subs-  
tancia a alimentar que se va a tratar.

5<sup>a</sup>.- Procedimiento para preparar ácidos inosite-  
safosfórico, sus sales ácidos e inosítolo, así como composi-  
ción tampón a base de tal ácido y de su sal sódica, según  
la reivindicación 3<sup>a</sup>, caracterizado por el hecho de que la



30137

composición tampón se usa directamente en forma de solución.

6.- "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ACIDO INOSITE SAFOFORICO, SUS SALES ACIDOS E INOSITULO, ASI COMO COMPOSICION TAMPON A BASE DE TALACIDO Y DE SU SAL SODICA".

Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria descriptiva, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 de Junio de 1.964

D. MARIA VITTORIO VENTURI

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
s. f.