



342718

memoria descriptiva

CLASE DE
REGISTRO

Una Patente de Invención

NOMBRE Y
NACIONA-
LIDAD DEL
SOLICITANTE

SOCIETE DES PRODUITS NESTLE S.A.

RESIDENCIA
Y DOMICILIO

Vevey (Suiza)

OBJETO

" PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PRODUCTOS COMPLEJOS
DE ESTRUCTURA POROSA ".



342718

1 Las técnicas de criodesecación o de lio-
filización fueron aplicadas esencialmente, hasta ahora, a la
deshidratación de diversos productos o sustancias con una fuer-
te proporción de agua. Diferentes trabajos fueron emprendidos
5 igualmente para extender la aplicación de dichas técnicas a sis-
temas no acuosos, sobre todo en ciertas ramas de la industria
farmacéutica, de la alimentación y de los extractos. Sin embar-
go, estos trabajos solo tienen como finalidad la estabilización
de sustancias alterables y el secado de productos de valor en
10 solución en un diluyente diferente del agua.

La presente invención reside en la apli-
cación de las técnicas de criodesecación, no para obtener el se-
cado de diversas sustancias, sino para la elaboración de cuer-
pos complejos nuevos.

15 Se refiere ante todo, por una parte a
un producto complejo de estructura porosa, y por otra parte a
un procedimiento para la fabricación de dicho producto.

20 El cuerpo complejo antes mencionado es
notable sobre todo por el hecho de que comprende, en fase con-
tínua, una estructura porosa constituida por una sustancia se-
ca a lo menos é, incluida en los poros de esta estructura, por
lo menos una sustancia diferente de la primera, secada por me-
dio de liofilización "in situ".

25 El procedimiento según la invención está
caracterizado por el hecho de que consiste en añadir a un cuer-
po poroso, por absorción ó adsorción, por lo menos una substan-
cia o una mezcla de sustancias en solución, diferentes de las



342718

1

que constituyen dicho cuerpo, y en congelar y liofilizar después por lo menos una vez el cuerpo complejo obtenido.

5

De preferencia, se congela y se liofiliza ante todo una primera substancia o una mezcla de substancias en solución para obtener, por eliminación del diluyente, un cuerpo poroso seco, se añade a este cuerpo, por absorción o adsorción, por lo menos una segunda substancia o una mezcla de substancias en solución, diferentes de las que constituyen dicho cuerpo, y después se congela y se liofiliza por lo menos una segunda vez el cuerpo complejo obtenido.

10

Este procedimiento permite la obtención de un producto industrial nuevo, o sea un cuerpo poroso, finamente heterogéneo, comprendiendo, en asociación estrecha, diversos elementos que pueden ser incompatibles y solubles en medios diferentes.

15

Para ilustrar lo que precede, la fase continua del cuerpo poroso puede estar constituida, por ejemplo, por un sólido hidro-soluble en el cual se hallan dispersadas partículas secas de una substancia hidrófuga.

20

Según una primera forma de ejecución del procedimiento objeto de la invención, se efectúa primeramente la congelación y la liofilización simple de una primera solución que puede estar constituida, por ejemplo, por una sola substancia o por una mezcla de substancias en dilución en el agua. Por la expresión " solución ", se designa cualquier asociación de por lo menos una substancia sólida con un líquido. En la presente memoria descriptiva, este término se aplica, por

25

30



- 6 JUL 1967

- 3 -

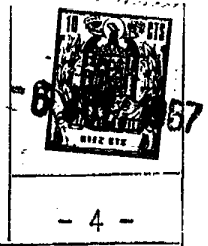
342718

1 consiguiente, tanto a las soluciones simples como a las solucio-
nes, las emulsiones y las suspensiones en las cuales la fase só-
lida se encuentra dispersada en la fase líquida sin estar nece-
sariamente disuelta en élla. Según su grado de concentración,
5 estas soluciones son más o menos fluidas y pueden presentarse
bajo una forma líquida o pastosa.

El procedimiento puede ser realizado
a partir de una variedad muy grande de soluciones tales como,
por ejemplo, materias sintéticas diluidas en un solvente orgáni-
10 co, una espuma preparada a partir de un extracto acuoso de ma-
terias sólidas del café, una masa de bizcocho conteniendo, ade-
más de los cuerpos grasos, materias protéicas, azúcar, etc...,
una fuerte proporción de agua.

15 La primera liofilización se efectúa
en las condiciones impuestas por las características del produc-
to y del diluyente. La congelación exige la reducción de la tem-
peratura a un valor generalmente inferior a 0°C pero comprendi-
do, en la mayoría de los casos, entre -15 y -196°C; esta opera-
20 ción necesita comúnmente la intervención de un agente refrigeran-
te. La sublimación del diluyente congelado es generalmente eje-
cutada en vacío, por medio de instalaciones adecuadas.

Resulta de la primera liofilización
un producto seco, de estructura porosa, destinado a constituir
25 la fase continua del cuerpo complejo según la invención. La ex-
presión "producto seco" utilizada en la presente memoria descrip-
tiva designa la ausencia de fase líquida en el cuerpo o en el
substrato considerado. Este producto es capaz de absorber una
segunda solución, la cual, después de la liofilización, es esen-



342718

i cialmente repartida en fase dispersada en los poros de dicho pro-
ducto.

5 De preferencia, el diluyente de la se-
gunda solución no es un solvente de la substancia o de la compo-
sición formando el cuerpo poroso inicial. La impregnación de es-
te último por dicha solución puede ser efectuada de diferentes
maneras, por ejemplo sumergiendo el producto seco en la solución,
empapando el primero por borboteo de la segunda, exponiendo el
cuerpo poroso inicial a una corriente de vapor saturada, etc...
10 Esta operación se desarrolla generalmente bajo presión atmosfé-
rica; en ciertos casos, sin embargo, puede ser ventajoso acompa-
ñarla de un breve pasado bajo presión reducida en vista de faci-
litar la penetración de la solución.

15 La segunda liofilización es ejecutada
teniendo en cuenta los caracteres físico-químicos de los consti-
tuyentes de la solución de impregnación. Los constituyentes só-
lidos de esta solución pueden ser de naturaleza muy diferente,
por ejemplo partículas de una materia sintética, partículas de
una substancia con efecto terapéutico o fertilizante, sales de
20 amino-ácidos o vitaminas, agentes de conservación, partículas
de una materia aromatizante tal como el chocolate, extractos de
frutas, etc..., fracciones aromáticas volátiles extraídas de ma-
terias naturales tales como el café, el té, etc... o fabricadas
sintéticamente, por ejemplo perfumes artificiales. El cuerpo po-
25 roso enriquecido es ante todo congelado a la temperatura conve-
niente, y después secado en vacío por medio de una instalación
de criodesecación adecuada, excepto en algunos casos en los cua-
les las propiedades del diluyente, por ejemplo el anhídrido car-

30



342718

1 bónico líquido, no imponen forzosamente la intervención de un
agente refrigerante exterior y la sublimación bajo presión redu-
cida.

5 Se obtiene así un producto industrial
nuevo bajo la forma de un cuerpo mixto poroso conteniendo en aso-
ciación estrecha elementos incompatibles, solubles en medios di-
ferentes.

10 La impregnación del cuerpo poroso ini-
cial y la liofilización subsiguiente pueden ser repetidas varias
veces con nuevas soluciones en vista de obtener cuerpos muy com-
plejos presentando una verdadera estructura "granulítica". Estos
cuerpos mixtos, dotados de propiedades específicas orientadas,
son de gran interés, sobre todo en razón de la estructura parti-
cular que les confiere la liofilización, o sea una estructura fi-
15 namente heterogénea, porosidad fuerte, extensa superficie inter-
na, etc...

Los ejemplos siguientes ilustran la pue-
ta en práctica del procedimiento según la invención, la cual sin
embargo no está limitada a las condiciones en ellos expuestas.

20 Ejemplo 1

Se prepara una solución al 1 % de polies-
tireno en tetracloruro de carbono. Esta solución es congelada a
-70°C bajo forma de placas de 10 mm de espesor, y después liofi-
lizada en un vacío de -50°C aproximadamente.

25 Se obtienen así placas de una materia po-
rosa, que está impregnada con una solución al 2 % de dextrano en
el agua. La penetración se encuentra facilitada por un breve pa-
sado en vacío moderado.

30 Después de una congelación a -40°C apro-



342718

1 ximadamente, las placas impregnadas son liofilizadas normalmen-
te alrededor de -20°C hasta la obtención de un producto seco (hu-
medad residual 2 %).

5 Resulta así un cuerpo mixto poroso de
débil densidad (0.03) cuya estructura contiene los elementos ca-
racterísticos del poliestireno y del dextrano liofilizados.

Ejemplo 2

10 Una solución acuosa concentrada de ma-
terias sólidas del café (45 % aproximadamente) es preparada ba-
jo forma de una espuma por insuflación de un volumen convenien-
te de CO_2 . Esta espuma es congelada rápidamente a -45°C aproxi-
madamente en placas relativamente delgadas. Después de la liofi-
lización, se obtiene un producto seco de estructura porosa.

15 Las placas de café liofilizado son im-
pregnadas con una solución concentrada de los constituyentes aro-
máticos y de los lípidos del café en el tetracloruro de carbono
o el "Forane 113", de manera a obtener en el producto seco final
una concentración de estos constituyentes de 0,5 a 1 % aproxima-
damente.

20 Las placas impregnadas son congeladas
a una temperatura de -70°C aproximadamente, después de lo cual
se elimina en vacío el diluyente congelado por sublimación en
una cámara de criodesecación adecuada.

25 Según una variante de ejecución de es-
te procedimiento, el cuerpo poroso inicial, obtenido por liofi-
lización de una espuma preparada a partir de un extracto acuoso
de materias sólidas del café, puede ser impregnado bajo una pre-

30



342718

1 sión no inferior a $5,5 \text{ kg/cm}^2$ aproximadamente con una solución
tal como definida más arriba de los constituyentes aromáticos y
de los lípidos del café en el anhídrido carbónico líquido. Re-
5 duciendo la presión, se obtiene la congelación espontánea del
diluyente que se deja entonces sublimarse a la presión atmosfé-
rica. Esta congelación puede ser completada mediante la inter-
vención de un agente refrigerante.

10 Se obtiene de esta manera, bajo la
forma de un cuerpo poroso cuya densidad está comprendida entre
0.2 y 0.3, un extracto de café sólido comprendiendo, en fase con-
tinua, las materias sólidas del café y en fase dispersada, pero
asociados íntimamente hasta el interior del producto, o sea in-
cluidos en los poros de este último, los constituyentes aromá-
15 ticos y los lípidos del café.

Ejemplo 3

Se prepara una masa de bizcocho con-
teniendo, por 1000 g de agua, 1100 g de polvo de leche descrema-
da, 750 g de blanco de huevo, 100 g de azúcar y 60 g de un agen-
20 te gelificante. El porcentaje de concentración de la materia se-
ca en la "solución" es de aproximadamente 44 %.

Esta masa es colocada sobre bandejas
bajo la forma de barritas aplastadas, las cuales son congeladas
a una temperatura de -35°C aproximadamente. Se procede entonces
25 a una primera liofilización del producto, en un vacío de 1.10^{-2}
Torr aproximadamente dentro de un aparato adecuado.

Al final de esta operación, se obtie-
ne un producto seco, de estructura porosa.



6 101 967

- 8 -

342718

1

Se prepara una solución al 15 % de una preparación de lípidos a base de chocolate en el "Forane 113". El producto seco preparado previamente es impregnado en esta solución mediante inmersión. Según una variante de ejecución, la masa hidratada tiene una base salada y el chocolate es reemplazado, en una solución de "Forane 113" al 15 %, por un hidrolizado concentrado de proteínas vegetales. La penetración de la solución se halla facilitada por un breve pasado en vacío moderado.

5

10

Las barritas impregnadas son rápidamente congeladas a -70°C aproximadamente y después liofilizadas en un vacío de 2.10^{-2} Torr. Resulta finalmente un producto mixto de estructura finamente porosa, heterogénea, comprendiendo, incluidos en los poros y canalículos proporcionados por la liofilización, residuos sólidos del agente aromatizante contenidos en la segunda solución.

15

20

Se ha de añadir que los dos últimos ejemplos han sido ejecutados y citados más arriba solamente en vista de ilustrar la invención. Es evidente que no son destinados a ser reproducidos directamente para la fabricación de productos alimenticios por ejemplo.

N O T A

=====

25

La presente patente de invención, comprende de las siguientes reivindicaciones:

30

1.- Procedimiento de fabricación de productos complejos de estructura porosa, caracterizado por el he-



6 J

342718

- 9 -

1 cho de que consiste en añadir a un cuerpo poroso, por absor-
ción o adsorción, por lo menos una substancia o una mezcla de
substancias en solución, diferentes de las que constituyen
dicho cuerpo, y después en congelar y liofilizar por lo me-
5 nos una vez el cuerpo complejo obtenido.

2.- Procedimiento según la Reivindica-
ción 1, caracterizado por el hecho de que se congela y des-
pués liofiliza ante todo una primera substancia o una mez-
10 cla de substancias en solución para obtener, por elimina-
ción del diluyente, un cuerpo poroso seco, que se añade a
dicho cuerpo, por absorción o adsorción, por lo menos una
segunda substancia o una mezcla de substancias en solución,
diferentes de las que constituyen dicho cuerpo, y después
15 que se congela y liofiliza por lo menos una segunda vez el
cuerpo complejo obtenido.

3.- Procedimiento según la Reivindica-
ción 1, caracterizado por el hecho de que se efectúa la con-
gelación por medio de un agente refrigerante.

20 4.- Procedimiento según las Reivindica-
ciones 1 y 2, en el cual el diluyente por eliminar está
constituído por lo menos en parte por anhídrido carbónico
líquido, caracterizado por el hecho de que se efectúa la
congelación por reducción controlada de la presión.

25 5.- Procedimiento según la Reivindica-
ción 1, caracterizado por el hecho de que se efectúa por lo
menos una de las operaciones de liofilización en vacío.

30 6.- Procedimiento según la Reivindicación
1, en el cual el diluyente por eliminar está constituído



342718

1
5
10
15
20
25
30

por lo menos en parte por anhídrido carbónico líquido, caracterizado por el hecho de que se efectúa la sublimación del diluyente a proximidad de la presión atmosférica.

7.- Procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se impregna el cuerpo poroso inicial por inmersión de este último en dicha solución.

8.- Procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se impregna el cuerpo poroso inicial por borbotado de dicha solución sobre el cuerpo en cuestión.

9.- Procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se impregna el cuerpo poroso inicial exponiendo a este último a una corriente de vapor saturada de dicha solución.

10.- Procedimiento de fabricación de productos complejos de estructura porosa.

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva que consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 6 de Julio de 1.967

CARLOS ROEB
[Handwritten signature]