



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 319 950**

⑫ Número de solicitud: 200703145

⑮ Int. Cl.:
C07C 403/24 (2006.01)
C09B 61/00 (2006.01)
C09B 67/54 (2006.01)
B01D 11/02 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **13.11.2007**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **14.05.2009**

Fecha de la concesión: **27.01.2010**

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **15.02.2010**

⑮ Fecha de publicación del folleto de la patente:
15.02.2010

⑰ Titular/es: **Universidad de Almería**
Ctra. de Sacramento, s/n
04120 La Cañada de San Urbano, Almería, ES

⑰ Inventor/es: **Fernández Sevilla, José María;**
Acién Fernández, Francisco Gabriel;
Molina Grima, Emilio y
Cerón García, María del Carmen

⑰ Agente: **No consta**

⑰ Título: **Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias.**

⑰ Resumen:

Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias.

Se ha desarrollado una mezcla extractante para la separación de carotenoides, aplicable a cualquier materia prima, basado en disolventes biocompatibles. La invención consiste en la utilización de una mezcla ternaria de disolventes en una única fase, que puesta en contacto con la materia prima de forma adecuada, extrae de forma cuantitativa los carotenoides presentes en la misma. La invención propuesta resuelve el problema del uso de complejos sistemas de extracción para la recuperación de carotenoides de biomasa animal y/o vegetal, tales como extracción con hexano en contacto múltiple en contracorriente. Los disolventes utilizados actualmente para el fin planteado muestran baja solubilidad de los compuestos de interés por lo que hacen necesario el manejo de elevadas cantidades de disolvente y equipos de gran tamaño por unidad de producto debido a la baja eficiencia de los disolventes utilizados.

ES 2 319 950 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias.

5 Sector de la técnica

La invención presentada se puede aplicar a cualquier proceso de separación y purificación de carotenoides a partir de cualquier materia prima, tales como la extracción de betacaroteno a partir de materia vegetal y/o microalgas, o de luteína a partir de flores de caléndula y/o microalgas. Actualmente se comercializan diversos tipos de carotenoides como los mencionados anteriormente tanto para su uso en acuicultura, como alimentación animal, e incluso nutracéutica y/o farmacología. La invención presentada, al ser aplicada a estos procesos extractivos permite mejorar los rendimientos de extracción y reducir por tanto el coste de los mismos.

Estado de la técnica

El objeto de la presente invención es un método de extracción de carotenoides (“carotenos” según definición recogida en la Orden SCO/4223/2004) mediante el uso de una mezcla ternaria biocompatible etanol-agua-hexano como agente extractante. Esta composición puede variarse dentro de ciertos márgenes conservando su eficacia extractora, como se observa en el diagrama triangular de composición, siendo lo importante que la mezcla de los tres disolventes forme una única fase homogénea.

El empleo de la mezcla ternaria propuesta es aplicable a cualquier materia prima, y está basado en disolventes biocompatibles. El método consiste en la utilización de una mezcla ternaria de disolventes en una única fase, que puesta en contacto con la materia prima de forma adecuada, extrae de forma cuantitativa los carotenoides presentes en la misma. El método propuesto resuelve el problema del uso de complejos sistemas de extracción para la recuperación de carotenoides de biomasa animal y/o vegetal, tales como extracción con hexano en contacto múltiple en contracorriente. Los métodos existentes actualmente para el fin planteado implican el manejo de elevadas cantidades de disolvente y equipos de gran tamaño por unidad de producto debido a la baja eficiencia de los disolventes utilizados. La utilización de esta fase extractora proporciona una elevada recuperación de carotenoides, de hasta el 100%, en una amplia gama de condiciones de operación, y presenta como ventaja una elevada selectividad hacia estas sustancias, permitiendo obtener unos extractos de carotenoides con pocas impurezas y muy concentrados en estas sustancias.

Actualmente los procesos utilizados se basan en el uso de disolventes orgánicos como hexano o etanol, en forma de compuestos puros, o bien en el uso de compuestos en estado supercrítico, como CO₂ supercrítico, a elevadas presiones. En ambos casos resulta difícil modificar la capacidad extractante de dichas fases por lo que los rendimientos de recuperación de producto son reducidos. El uso de la mezcla ternaria propuesta permite ajustar la polaridad de la fase extractante de forma que se incrementa la solubilidad en ella de compuestos de interés como los carotenoides, incrementando de forma notable los rendimientos de extracción. La mezcla ternaria propuesta puede ser aplicada a cualquier proceso actual de extracción con disolventes de carotenoides, sin que sea necesario modificar en gran medida el proceso de extracción en sí, pero mejorando de forma notable los rendimientos aumentando la cantidad de producto obtenida por unidad de materia prima utilizada. La invención, por tanto, puede ser aplicada tanto en la industria química como alimentaria, nutracéutica y/o farmacológica.

La presente invención se puede englobar en el campo de los procesos de extracción de compuestos con destino a alimentación que se encuentran recogidos en la legislación española vigente. En concreto, se pueden citar como antecedentes los disolventes de extracción permitidos para carotenoides (mencionados como “carotenos en los textos legales”) recogidos en la Orden SCO/4223/2004 de 16 de Diciembre, que modifica a la SCO/1052/2002 de 7 de Mayo, al RD 2107/1996 y al RD 2001/1995 de 7 de Diciembre en la que se recogen hexano y etanol como disolventes permitidos, entre otros fines, para la recuperación de “carotenos”(E160a) incluyendo licopeno (E160d), luteína (E161b) y cantaxantina (E161g) de plantas y de algas (anexo en la Orden SCO/4223/2004). Estos disolventes son también utilizados para la extracción de carotenoides a partir de restos de crustáceos, etc. Estos disolventes son usados por separado en etapas sucesivas. Resulta difícil encontrar referencias en bibliografía a procesos de extracción de carotenoides de aplicación industrial, refiriéndose en la inmensa mayoría de los trabajos publicados a extracciones destinadas a técnicas analíticas.

55 Descripción de la invención

La presente invención consiste en un proceso de extracción de carotenoides mediante el empleo de una fase única compuesta por etanol, hexano y agua, aplicable a una amplia gama de materiales que contienen estos carotenoides, que ha sido ensayada con éxito en microalgas, y que es aplicable a cualquier material convenientemente disgregado que contenga estas sustancias. La fase extractora compuesta de etanol y hexano puede formarse utilizando el agua de constitución de los materiales a extraer como parte del total del agua necesaria para formar la fase extractora. Esto tiene además la ventaja de que elimina o disminuye la necesidad de secar los materiales a extraer.

La extracción de carotenoides y otras sustancias liposolubles viene realizándose con la utilización de diversos disolventes como fase extractora entre los que cabe destacar el hexano. Sin embargo, la baja solubilidad de algunas de estas sustancias en hexano obliga a realizar extracciones múltiples, que conllevan el contacto reiterado del material de extracción y del hexano (extractante) lo que conlleva una elevada utilización de disolvente y una complicación del

equipo. Esto es especialmente importante en el caso de los carotenoides y particularmente en el caso de carotenoides oxigenados como la luteína o zeaxantina, que pueden requerir hasta 10 etapas de contacto para una extracción completa con hexano.

- 5 El procedimiento descrito consigue mediante la utilización de la fase propuesta una recuperación de carotenoides muy elevada, y que en el caso de la luteína y zeaxantina en una única etapa de extracción con la fase descrita se consigue una recuperación de las sustancias de interés equivalente a 8 etapas de extracción con hexano.

Breve descripción de los dibujos

10

A continuación se pasa a describir de manera breve un modo de realización de la invención, como ejemplo ilustrativo y no limitativo de ésta. Para una mejor comprensión del modo de realización, se incluye la figura 1: Diagrama triangular para el sistema etanol-hexano-agua.

15 Descripción de una realización preferida

La invención ahora será descrita, por la manera del ejemplo, como medios de la ilustración y no han de ser interpretados como limitativos.

20 Ejemplo 1

- Así, para la extracción de los carotenoides contenidos en 1 kg de biomasa seca de microalgas basta con tomar la biomasa y molturarla adecuadamente, añadirle 10 L de la mezcla monofásica compuesta por etanol-hexano-agua en proporciones de 77:17:6, mezclarlo de forma adecuada durante 5 minutos para maximizar el contacto entre las fases, y finalmente decantar el material biológico para retirar el sobrenadante con más del 90% de los carotenoides contenidos en la biomasa. La mezcla monofásica utilizada puede ser llevada a sequedad para obtener finalmente un concentrado de carotenoides, o bien ser sometida posteriormente a procesos de extracción con otros disolventes o incluso procesos cromatográficos para purificar de toda la mezcla de carotenoides uno o varios de ellos en concreto.

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias **caracterizado** por una sola fase compuesta por etanol:hexano:agua.

2. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias según reivindicación 1 **caracterizado** por utilizar etanol y hexano para que se forme con el agua de constitución del material que va a ser extraído una fase extractante.

10 3. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias según reivindicación 1 y 2 **caracterizado** por extraer carotenoides específicos como la luteína, zeaxantina, betacaroteno, astaxantina, violaxantina, así como de sus esteres, de cualquier material.

15 4. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias según reivindicaciones 1-3 **caracterizado** porque la extracción se realiza a partir de biomasa animal y vegetal.

5. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias según reivindicaciones 1-3 **caracterizado** porque la extracción se realiza a partir de biomasa animal.

20 6. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias según reivindicaciones 1-3 **caracterizado** porque la extracción se realiza a partir de biomasa vegetal.

25 7. Extracción de carotenoides mediante el uso de mezclas ternarias según reivindicaciones 1-3 **caracterizado** mezcla monofásica compuesta por etanol-hexano-agua en proporciones de 77:17:6.

8. Uso de la extracción de carotenoides según reivindicaciones 1-7, para fines industriales.

9. Uso de la extracción de carotenoides según reivindicaciones 1-7, para fines alimentarios.

30 10. Uso de la extracción de carotenoides según reivindicaciones 1-7, para fines nutraceuticos.

11. Uso de la extracción de carotenoides según reivindicaciones 1-7, para fines farmacológicos.

35

40

45

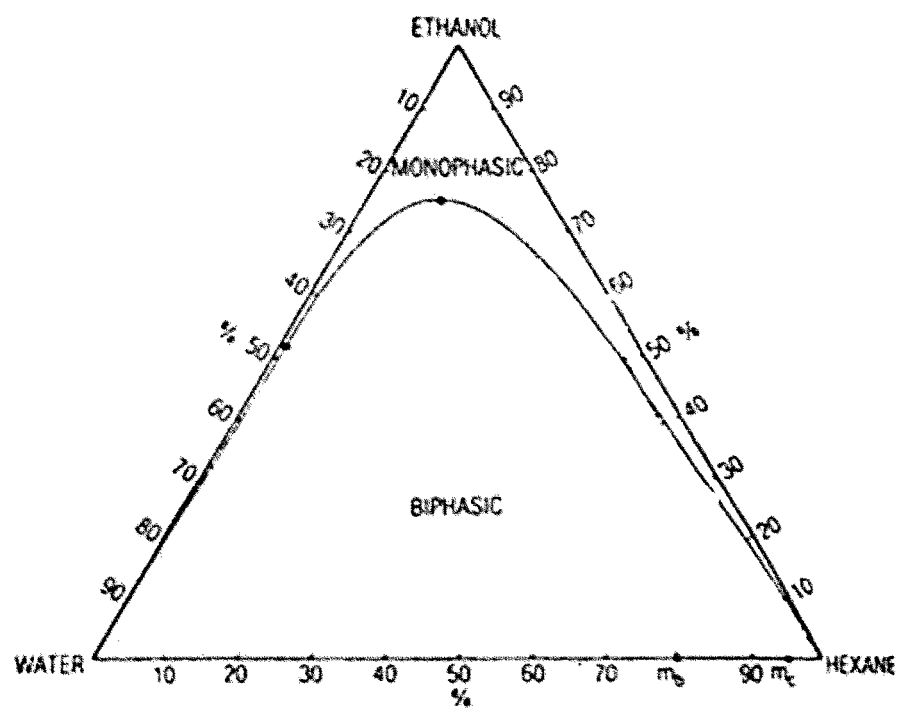
50

55

60

65

Figura 1





OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 319 950

⑫ Nº de solicitud: 200703145

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 13.11.2007

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑯ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WO 9823567 A1(CARGILL INC) 04.06.1998, página 21, línea 33 - página 22, línea 7; página 34, ejemplo 2; página 35, ejemplo 4; reivindicaciones 1,7,10.	2-6,8-11
A	US 5453565 A (MAWSON RODNEY) 26.09.1995, columna 3, líneas 34-63.	1-11
A	WO 0013654 A1 (I.B.R. ISRAELI BIOTECHNOLOGY RESEARCH, LTD.) 16.03.2000, página 10, líneas 9-15.	1-11
A	JP 7041687 A (FOOD DESIGN GIJUTSU KENKYU KUMIAI) 10.02.1995 (resumen). Recuperado de EPOQUENET WPI Database.	1-11
A	JP 9191890 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 29.07.1997, (resumen). Recuperado de EPOQUENET WPI Database.	1-11

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

06.03.2008

Examinador

E. Albarrán Gómez

Página

1/2

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C07C 403/24 (2006.01)

C09B 61/00 (2006.01)

C09B 67/54 (2006.01)

B01D 11/02 (2006.01)

B01D 11/04 (2006.01)