

INSTITUTO MEXICANO DE
LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

Dirección Divisiva de Promoción y
Servicios de Información Tecnológica

Concesión 140505
Folio PA/1/1975/002607
Documento Interno Bibliotecario

PATENTE No 140505

DIA DE EXPEDICION: 7- XI - 79

SOLICITUD No: 156387 DE PATENTE.



FECHA LEGAL: 4 DE FEBRERO DE 1975.

INVENTO: PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA SEPARACION DE-
SARSASAPONINA A PARTIR DE LA SEMILLA DE YUCCA
FILIFERA.

INVENTOR: LUIS ERNESTO MIRAMONTES CARDENAS.

NACIONALIDAD: MEXICANA.

TITULAR: CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGIA y
COMISION NACIONAL DE LAS ZONAS ARIDAS.

NACIONALIDAD: MEXICANA.

PRIORIDAD:

CIPY COPY 71/00
AGIK 31/705

CLASE: 09-10.

FBR/fnr.

C. e. p. la Gaceta.

1010403

"PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA SEPARACION DE SARSASAPONINA A PARTIR DE LA SEMILLA DE YUCCA FILIFERA"

Causahabientes; CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGIA, un organismo público descentralizado, con domicilio en Av. Insurgentes Sur 1677, Mexico 20, D.F. y COMISION NACIONAL DE LAS ZONAS ARIDAS un organismo público - descentralizado con domicilio en Tonalá 30, México 7, D.F.

EXTRACTO DE LA SOLICITUD

Procedimiento para separar sarsasaponina, - de la semilla de la palma china (Yucca Filifera), que com_ - prende tratar la semilla molida a 80°C para romper la es_ - tructura celular de la misma, extraer los lípidos y la sapo_ - nina esteroidal o sarsasaponina simultaneamente utilizando un sistema binario de solventes, uno de ellos de baja polaridad como un hidrocarburo o hidrocarburo clorado y otro de tipo polar como un alcohol que puede estar diluido con -----

agua para originar la separación en dos fases del sistema, separar las fases por decantación, aislar el lípido triglicérido por destilación de la fase de solvente menos polar, aislar la sarsasapoina por destilación del solvente polar hasta cristalización, separar la saponina por filtración y secarla. La pasta o harina proteínica queda como residuo de la extracción que se desolventiza y queda lista para su utilización.

Alternativamente y dependiendo del equipo industrial de que se disponga, la separación de los componentes de la semilla de la palma china puede lograrse haciendo una extracción de la semilla molida y tostada con un alcohol solamente, filtrar el residuo, contactar el extracto con agua y un hidrocarburo para transferir el lípido a este último solvente, separar las fases por decantación y proceder al aislamiento de los materiales útiles como en el caso anterior.

También puede lograrse la separación de los componentes industrializables de la semilla de la palma china por un tercer procedimiento que comprende extraer la semilla

previamente molida y tostada a 80° C con un solvente oxhidrónico capaz de disolver tanto los lípidos como la sarsasaponina, evaporar el solvente hasta tener un magma de saponina en aceite, tratar la mezcla anterior con un solvente hidrocarburo para terminar de precipitar la saponina y pasar el aceite al hidrocarburo, separar la saponina por filtración y evaporar el solvente hidrocarburo hasta tener como residuo el lípido triglicérido comestible.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

La presente invención se refiere a procedimientos mejorados para el tratamiento de la semilla de la palma china (Yucca filifera), para la separación de la sarsasaponina, el aceite triglicérido comestible y las proteínas contenidas en la misma, y más particularmente, está relacionada con procedimientos mejorados de extracción y purificación para separar la saponina, el aceite vegetal y las proteínas contenidas en el endospermo de la semilla de la palma china.

Durante las últimas tres décadas, se ha desarrollado una industria internacional de esteroides por el descubri-

miento e industrialización de numerosos fármacos esteroídales que se fabrican por síntesis química a partir de sitosteroles, colesterol, alcaloides esteroídales y saponinas.

Estas últimas se preparan por hidrólisis de las saponinas correspondientes. La industria de esteroides se ha desarrollado notablemente en México debido principalmente a la existencia en el sureste del país de plantas silvestres del género Dioscorea cuya raíz o rizoma que se denomina "barbasco" (Dioscorea composita Hemsl y D. floribunda Hemsl), contiene dioscina, una saponina esteroídica a partir de la cual se fabrica la diosgenina, compuesto químico semejante a la sarsasapogenina que se obtiene a partir de la sarsasaponina que es uno de los componentes útiles de la semilla de la palma china.

La diosgenina ha constituido la base de la industria química de esteroides durante varias décadas, desgraciadamente, su explotación ha sido tan intensa que no se ha permitido la regeneración del recurso silvestre y existe la posibilidad de que se agote hasta dejar de ser una fuente comercial de esteroides.

El agotamiento del barbasco silvestre es una realidad actual en la India. El barbasco hindú (Dioscorea deltoidea Wall), ha estado sujeto a una explotación comercial intensa hasta llegar a una situación crítica. El cultivo del barbasco es un problema agronómico-ecológico no resuelto aún.

El descubrimiento de que la semilla de la palma china contiene aproximadamente 8% de sarsasapogenina como glucósido y la abundancia extraordinaria de la planta en la zona desértica del Norte del país, constituyen la solución futura al problema de la escasez de barbasco y el descubrimiento práctico más notable de nuestra década en materia de esteroides.

La palma china o Yucca filifera es una planta que prolifera en forma silvestre adaptada por siglos a la ecología del desierto de los estados de Coahuila, Nuevo León, San Luis Potosí y Zacatecas en la República Mexicana. Se estima una población de 84 millones de plantas que podrían llegar a producir anualmente 50 millones de kilos de semilla que a su vez podrían proporcionar 12.5 millones de kilos de aceite comestible y 6 millones de kilos de sarsasaponina, además, la pulpa del fruto contiene cer-

ca de 50% de azúcares que son susceptibles de transformarse por fermentación en una biomasa protéica, lo cual hace más atractiva todavía la explotación industrial integrada del recurso natural.

Es sabido por todos los expertos en el campo de esteroides, los considerables esfuerzos que se han hecho para fabricar esteroides totalmente sintéticos y que los resultados solo han sido aplicables a unos pocos fármacos con actividad biológica.

BREVE RESUMEN DE LA INVENCION

Teniendo en cuenta los problemas que presenta la industria de esteroides en México y de todo el mundo, es un objeto de la presente invención proporcionar procedimientos mejorados para extraer y separar los componentes naturales más importantes de la semilla del fruto de la palma china, para que una vez aislados, pueda procederse a su industrialización posterior.

Es otro ejemplo de la presente invención, proporcionar procedimientos de la naturaleza anteriormente señalada que sean de sencilla y económica ejecución y del cual se obtengan pro-



ductos de alta calidad con una eficiencia elevada.

Los aspectos de mejora que se consideran característicos de la presente invención se establecen con claridad en las cláusulas anexas. Sin embargo, la invención misma, tanto por su organización como por su método de operación, conjuntamente con los objetivos y ventajas de la misma, podrá comprenderse mejor en la siguiente descripción de ciertas modalidades debiéndose entender que tales modalidades son susceptibles de ciertos cambios o modificaciones, sin por ello salirse del verdadero alcance del invento.

DESCRIPCION DETALLADA

Los procedimientos de conformidad con la presente invención utilizan como materia prima básica la semilla del fruto de la palma china (Yucca filifera). La semilla mencionada es de forma discoidal, mide un promedio de 6 mm. de diámetro y 2.5 mm. de espesor, tiene un recubrimiento negruzco o testa formado principalmente por lignina y que representa 5-10% del peso total y que puede separarse por medios químicos y/o mecánicos. El endospermio es relativamente duro y contiene los materiales útiles



cuya separación persigue el procedimiento de esta invención, a saber, aceite comestible 25-30%, sarsasaponina 20-24%; proteínas 12-20%. El resto está constituido por carbohidratos, sales minerales y otras sustancias no determinadas todavía.

Los procedimientos de conformidad con la presente invención, consisten en tratar la semilla molida mediante un calentamiento a temperatura entre 80 y 100° C. con el fin de ablandarla y desintegrar la estructura celular del endospermio como preparación para la extracción simultánea de la sarsasaponina y el aceite triglicérido. Para esta extracción puede utilizarse un alcohol, como el isopropanol ya sea en forma pura o bien como su azeótropo acuoso. Alternativamente, el alcohol puede mezclarse con un solvente poco polar como un hidrocarburo o un hidrocarburo clorado para facilitar la extracción de ambos componentes de la semilla de la palma china. De esta manera se logra una extracción completa y eficiente de los dos materiales extraíbles que se encuentran en el endospermio de la semilla. El siguiente paso consiste en separar los dos componentes extraídos lo cual se logra de las siguientes maneras

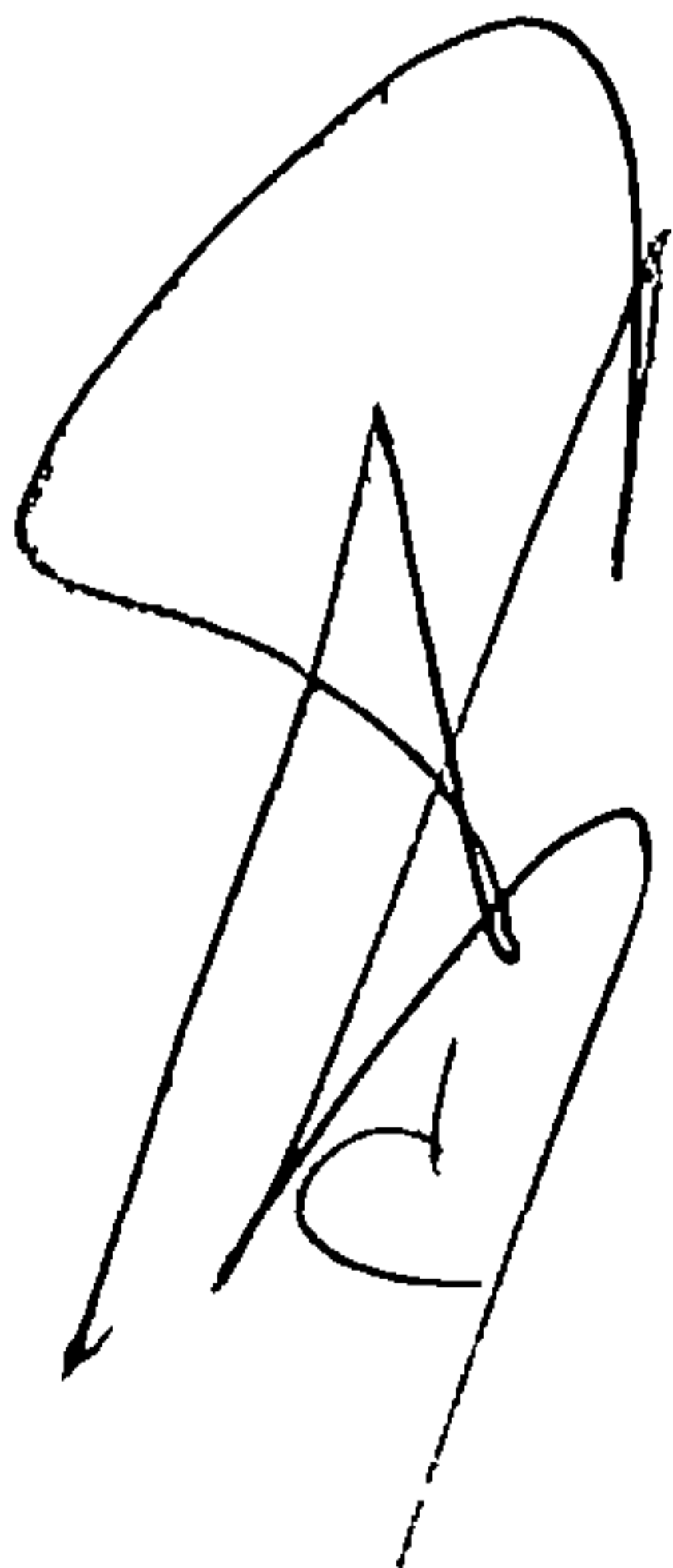
a) Si la saponina y el aceite ha sido extraído con un alcohol sin otro componente, el extracto se evapora a --



sequedad hasta tener una mezcla viscosa de saponina y lípidos a la cual se agrega un hidrocarburo o hidrocarburo clorado para disolver el aceite exclusivamente. La saponina se separa como residuo por filtración.

b) Si la saponina y el aceite han sido extraídos simultáneamente con un alcohol acuoso, el extracto se pone en contacto con un volumen igual de hidrocarburo o hidrocarburo clorado que forme dos fases con el alcohol acuoso. De esta manera se logra una transferencia del aceite al solvente menos polar del sistema, de acuerdo con el coeficiente de partición. Enseguida se separan las dos fases que se pueden contactar a contracorriente con solventes frescos para una mejor separación de la saponina y el aceite en sus fases correspondientes. Los extractos separados se evaporan por destilación para aislar el aceite de Yucca y la sarsasaponina respectivamente

c) Si la saponina y el aceite han sido extraídos simultáneamente mediante contactación con un sistema ternario alcohol-agua-hidrocarburo o alcohol-agua hidrocarburo clorado y este sistema forma dos fases, una vez separado el residuo de la extracción, se procede a decantar las fases y tratarlas



a contracorriente con el solvente(s) de la fase complementaria para finalmente evaporar por destilación los solventes y aislar los productos deseados.

La sarsasaponina obtenida puede transformarse por hidrólisis a la sarsasapogenina que es de gran utilidad para la industria de esteroides.


El aceite comestible obtenido presenta características químicas similares a las del aceite de cártamo. Además, puede refinarse por destilación molecular para obtener fracciones de aceite con un alto grado de insaturación.

La presente invención podrá comprenderse mejor haciendo referencia a los siguientes ejemplos que se dan meramente a título informativo y no limitativo del alcance de la misma.

EJEMPLO 1

Extracción con isopropanol azeótropo y hexano

Se cargan una parte en peso de semilla molida y tostada (20 mallas), 15 partes en volumen de isopropanol azeó-



tropo acuoso y 25 partes en volumen de hexano comercial a un matraz de tres bocas provisto de motor agitador y condensador a reflujo. La mezcla se calienta a reflujo durante una hora con agitación intensa para enseguida aislar el sólido residual por filtración, el extracto se pasa a un embudo de separación en donde se decantan las fases. Estas se contactan a contracorriente con solventes frescos. Al evaporar las fases por separado se encuentran pesos de lípidos y de saponina que corresponden a una eficiencia de 93% para la saponina y 85% para el aceite.

Extracción con hexano y después con isopropanol acuoso.

Una parte en peso de semilla del mismo lote usado en el experimento anterior y 25 partes en volumen de hexano se sujetan al mismo experimento extractivo antes mencionado, se separa el residuo por filtración y enseguida se repite la operación de extracción sobre el mismo residuo utilizando como solvente 15 partes en volumen de alcohol isopropílico azeótropo acuoso. De nuevo se aísla el residuo sólido y los extractos se evaporan por separado. Se tiene una eficiencia de 57% para los lípidos y 37% para la saponina.



Extracción con isopropanol acuoso y después con hexano.

Una parte en peso de semilla del mismo lote de la usada anteriormente y 15 partes en volumen de isopropanol azeótropo acuoso se sujetan a la misma operatoria de extracción descrita con anterioridad, se separa el sólido residual por filtración y se sujeta de nuevo a la misma operación usando 25 partes en volumen de hexano. Al obtener los productos por evaporación de los solventes por separado, se observa una eficiencia del 80% para la saponina y de 70% para el aceite.

Los experimentos anteriores indican que una combinación de isopropanol azeótropo con agua y hexano usados simultáneamente como sistema ternario usados para la extracción, constituye un sistema muy eficiente.

EJEMPLO 2

Una parte en peso de semilla de la palma china se puso en una licuadora con 5 partes en volumen de isopropanol acuoso azeótropo y 10 partes en volumen de hexano estando los solventes a 45°C. Se puso en acción el motor de la licuadora durante



5 minutos. La mezcla se filtró para separar el sólido y éste se sujetó al mismo tratamiento por dos veces más. Los extractos combinados se pasaron a un embudo de separación para decantar las fases. Estas se contactaron a contracorriente con solvente nuevo y evaporaron para aislar los productos. Se obtuvo un rendimiento casi cuantitativo de lípidos y saponina.

EJEMPLO 3

Una parte en peso de semilla de la palma china se molió hasta pasar por un tamiz de 20 mallas, a continuación se calentó en estufa a 80°C. durante dos horas y se cargó a una licuadora junta con 15 partes en peso de isopropanol azeótropo acuoso a 50°C. Se operó el motor de la licuadora durante cinco minutos para enseguida separar el residuo sólido por filtración. Este residuo se sujetó a la misma operación de contactación con solvente y filtración por dos veces más. Los extractos se contactaron a contracorriente y trataron con solvente fresco también a contracorriente. Finalmente se evaporaron por destilación tanto el hexano como el isopropanol azeótropo acuoso por separado hasta recuperar el aceite y la saponina.

EJEMPLO 4

Una parte en peso de semilla de la palma china se molió hasta lograr que pasara por un tamiz de 20 mallas, a continuación se calentó en estufa eléctrica a 80° C. durante dos horas. A continuación se cargó a una licuadora junto con 15 partes de isopropanol anhidro a 50° C., se operó el motor de la licuadora durante cinco minutos para enseguida separar el residuo sólido por filtración. Este residuo se sujetó dos veces más a la misma operatoria de extracción y filtración. Finalmente se secó en la estufa. El análisis de este material indica que contiene 53% de proteína en base seca.

Los extractos combinados se evaporaron a sequedad hasta obtener un residuo viscoso formado por sarsasaponina en suspensión de aceite vegetal. Este residuo se trató con 5 partes en volumen de hexano y se filtró para aislar la sarsasaponina. La solución en hexano se evaporó hasta aislar el aceite vegetal.

La sarsasaponina obtenida se hidrolizó para su conversión a sarsasapogenina obteniendo un rendimiento casi cuantitativo de la misma.

NOVEDAD DE LA INVENCION

Habiendo descrito la invención, se considera como una novedad y, por lo tanto, se reclama como propiedad lo contenido en las siguientes cláusulas.

1. Un procedimiento mejorado para la separación de sarsasaponina, a partir de la semilla de yucca filífera, caracterizado porque comprende dividir finamente la semilla, calentarla a una temperatura del orden de 80°C, extraer un aceite triglicérido y la sarsasaponina por contactación a temperatura del orden de 55°C con una mezcla ternaria de isopropanol azeótropo acuoso y hexano, separar el concentrado protéico residual por filtración o centrifugación, dejar reposar el extracto hasta su separación en dos capas, una constituída por el hexano conteniendo un aceite triglicérido y la otra por el isopropanol conteniendo la sarsasaponina, separar la fase inferior, lavarla por contactación con hexano, separar la fase inferior y aislar la sarsasaponina por evaporación del solvente.

2. Un procedimiento mejorado para la separación de sarsasaponina a partir de la semilla de yucca filífera de acuerdo con la cláusula 1, caracterizado porque comprende dividir fina-

mente la semilla, calentarla a una temperatura del orden de 80°C, contactarla a una temperatura del orden de 60°C con isopropanol - azeótropo acuoso para extraer la sarsasaponina, separar el concentrado protéico residual para enseguida desolventizarlo, contactar el extracto en isopropanol azeótropo acuoso con hexano a contracorriente, dejar separar las dos fases-extracto, una contiene el hexano con un aceite triglicérido y la otra el isopropanol con la sarsasaponina, separar la fase inferior y evaporarla por destilación hasta recuperar la sarsasaponina.

3. Un procedimiento mejorado para la separación de sarsasaponina a partir de la semilla de yucca filífera, de acuerdo con la cláusula 1, caracterizado porque comprende dividir finamente la semilla, calentarla a una temperatura del orden de 80°C, extraer la sarsasaponina por contactación con isopropanol - anhidro, a una temperatura del orden de 60°C, separar el concentrado protéico residual para desolventizarlo, evaporar a sequedad el extracto en isopropanol anhidro, adicionar al residuo de la evaporación hexano hasta disolución de un aceite triglicérido y filtrar la suspensión cristalina para aislar la sarsasaponina.

En testimonio de lo cual firmo lo anterior en esta Ciudad de México, D.F. a los treinta y un días del mes de enero de 1975.


APODERADO