

①9



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



①1 Número de publicación: **2 374 247**

②1 Número de solicitud: 201101121

⑤1 Int. Cl.:  
**B01D 37/02** (2006.01)

①2

SOLICITUD DE PATENTE

A1

②2 Fecha de presentación: **13.10.2011**

④3 Fecha de publicación de la solicitud: **15.02.2012**

④3 Fecha de publicación del folleto de la solicitud:  
**15.02.2012**

⑦1 Solicitante/s: **Universidad de Granada  
Hospital Real  
Cuesta del Hospicio, s/n  
18071 Granada, ES  
Torres Morente, S.A.**

⑦2 Inventor/es: **Fernández Gutiérrez, Alberto;  
Segura Carretero, Antonio y  
Lozano Sánchez, Jesús**

⑦4 Agente: **No consta**

⑤4 Título: **Procedimiento para filtrar aceite usando tortas filtrantes de almidón nativo.**

⑤7 Resumen:

Procedimiento para filtrar aceite de oliva usando tortas filtrantes de almidón nativo.

La presente invención describe un nuevo procedimiento de filtración de aceite, en particular de aceite de oliva, caracterizado por utilizar almidones nativos de diferente naturaleza como agentes filtrantes para formar la torta de filtración, que permite reducir el contenido en humedad del aceite y simplificar el proceso a un solo ciclo de filtración. La torta filtrante generada constituye un subproducto a base de almidón suplementado con triglicéridos, polifenoles y otros compuestos bioactivos del aceite, y puede ser utilizada en la industria alimentaria como ingrediente alimentario, como nutracéutico o como fuente de compuestos bioactivos. El aceite filtrado obtenido por este procedimiento presenta un nivel de humedad inferior al que presentan los aceites obtenidos por los procedimientos de filtración conocidos, lo que favorece su conservación y prolonga su vida útil.

ES 2 374 247 A1

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para filtrar aceite usando tortas filtrantes de almidón nativo.

### 5 Sector de la técnica

La presente invención se enmarca dentro del campo de la producción oleícola. En particular, se refiere a un procedimiento de filtración de aceite, particularmente aceite de oliva para la reducción de la humedad del aceite filtrado basado en el empleo de una nueva torta filtrante de almidón nativo. La invención también se refiere al aprovechamiento de los subproductos de este procedimiento de filtración como fuente de compuestos bioactivos.

### Estado de la técnica

El proceso de filtración del aceite de oliva virgen extra presenta como finalidad reducir la humedad y proporcionar al producto final una presentación comercial impecable. Hay dos tipos de filtración: uno, conocido como “desbastado”, indicado en aquellos aceites que contienen un alto contenido en sólidos, y otro, denominado “abrillantado”, cuya finalidad básica es la de reducir el contenido en humedad.

La diferencia entre ambos está en el dispositivo de filtración utilizado. Mientras el desbastado se lleva a cabo en tanques de filtración constituidos por bujías o placas dispuestas en posición horizontal o vertical, el abrillantado se lleva a cabo en filtros prensa que están constituidos por placas donde se introduce papel de celulosa o algodón. Ambos tienen en común que pueden utilizar coadyuvantes del proceso.

Estos coadyuvantes o agentes filtrantes son generalmente materiales pulverulentos que aceleran el proceso de filtración cuando los sólidos en suspensión del aceite son muy finos, facilitando la eliminación de impurezas presentes en el aceite. Las partículas de polvo del agente filtrante y los sólidos en suspensión son eliminados juntos como una mezcla de la torta formada, siendo éste el subproducto generado. El agente filtrante tradicionalmente utilizado es tierras de diatomeas debido a su porosidad y elevado poder hidrófilo. Estas tierras son obtenidas por tratamiento de los restos fósiles de algas microscópicas y están constituidas principalmente por sílice.

En los últimos años se han introducido nuevos agentes filtrantes orgánicos. Estos agentes filtrantes son polímeros de origen vegetal procedentes de madera o de fibras vegetales. Desde el punto de vista químico, están compuestos por una mezcla de celulosa (componente mayoritario), hemicelulosa y lignina, en función del procedimiento de extracción aplicado.

En la práctica industrial es necesario llevar a cabo más de un ciclo de desbastado y/o de abrillantado para conseguir un aceite filtrado con un contenido de humedad reducido adecuado y una presentación comercial impecable. Cada ciclo consiste en hacer pasar el aceite por el sistema de filtración que se esté utilizando en cada caso. El valor de humedad de aceite sometido a un solo ciclo de filtración, denominado “de primera pasada”, suele estar por encima del valor aceptado comercialmente (0.09%), necesitando pasar por más de un ciclo de filtración para reducir el contenido en humedad hasta niveles comercialmente aceptables. Cada nuevo ciclo conlleva iniciar el proceso con adición de más agente filtrante incrementando el coste del proceso de filtrado y el tiempo necesario empleado.

### Compendio de la invención

En un aspecto la invención se refiere a un procedimiento de filtración de aceite, en particular de aceite de oliva que utiliza almidón nativo como agente de filtración (entendiendo como tal aquellos almidones que no han sido sometidos a ningún tipo de tratamiento físico o químico posterior a su extracción a partir de su fuente de obtención tal como semillas de cereales, tubérculos o frutas) que comprende la obtención de una torta filtrante a través de la cual se filtra el aceite de partida y que permite la reducción de la humedad del aceite filtrado de modo que con un solo ciclo de filtración es posible obtener un aceite filtrado con un contenido en humedad inferior al 0,09% en peso aceptable para su comercialización.

En otro aspecto la invención se refiere al uso de almidón nativo como agente filtrante en un procedimiento de filtración de aceite. Este material sustituye ventajosamente a las tierras de diatomeas u otros materiales convencionales que comprenden celulosa y lignina, y a sus mezclas con perlita.

En otro aspecto la invención se refiere a una torta filtrante que se obtiene del procedimiento de filtración de aceite, en particular de aceite de oliva, y constituye un subproducto revalorizable del mismo. Esta torta filtrante resultante, comprende almidón nativo suplementado con compuestos bioactivos procedentes del aceite filtrado, por ejemplo de aceite de oliva, como triglicéridos y polifenoles, entre otros. Este subproducto puede ser usado como un ingrediente alimentario con aplicaciones similares al almidón, es decir, por ejemplo como agente espesante, gelificante y de recubrimiento, mejorando las propiedades reológicas y fisicoquímicas de los alimentos a los que se incorpora pero con mayor valor añadido debido a su alto contenido en compuestos bioactivos del aceite.

Por tanto en otro aspecto la invención se relaciona con el empleo de la torta filtrante que se obtiene del procedimiento de filtración de aceite como ingrediente alimentario o nutracéutico.

## ES 2 374 247 A1

Además en otro aspecto la invención se relaciona con el empleo de la torta filtrante como material de partida para la obtención de compuestos bioactivos del aceite, en particular del aceite de oliva. Dicha obtención se lleva a cabo mediante procedimientos que comprenden una o más etapas convencionales de purificación y/o extracción de compuestos bioactivos, por ejemplo, extracción sólido-líquido, spray dry, cromatografía preparativa, fluidos presurizados y fluidos supercríticos.

En otro aspecto la invención se refiere a un aceite obtenido mediante el procedimiento de filtración de aceite de la invención. En una realización particular dicho aceite es aceite de oliva. En otra realización particular dicho aceite se obtiene después de un único ciclo de filtración y se denomina “de primera pasada” y presenta un contenido en humedad inferior al 0,09% en peso.

### Descripción de las figuras

Figura 1. Diagrama de flujo del procedimiento de filtración de aceite (de oliva) de la invención.

T1, tanque de almacenamiento de aceite de partida sin filtrar;

T2, tanque de almacenamiento de aceite filtrado;

A1, almidón nativo empleado como agente filtrante para obtener la torta filtrante;

A2, almidón nativo de diferente naturaleza que A1;

F1, cantidad inicial de aceite que se mezcla con el agente filtrante;

F2, mezcla de A1 y F1, que es bombeada al dispositivo de filtración (filtrador);

F3, aceite libre de almidón nativo el cual ha sido retenido en el dispositivo de filtración;

F4 y F5, mezcla de aceite y almidón nativo (A1) o (A2), que se introducen opcionalmente de forma sucesiva en el sistema de filtración para obtener la torta filtrante;

Fo, aceite de partida sin filtrar;

P, aceite filtrado.

Figura 2. Cromatograma del Ión Extraído (Extracted Ion Chromatogram, EIC) del analito de hidroxitirosol (HYTY) mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas: (a) muestra el EIC del compuesto HYTY en el extracto metanólico obtenido de la torta filtrante de agente filtrante Celite®; (b) muestra el EIC del compuesto HYTY en el extracto metanólico obtenido de la torta filtrante de agente filtrante Vitacel®; (c) muestra el EIC del compuesto HYTY en el extracto metanólico obtenido de la torta filtrante de almidón de patata; (d) muestra el EIC del HYTY en el extracto metanólico obtenido de la torta filtrante de una mezcla de almidones de patata y de trigo.

### Descripción de la invención

La presente invención se basa en que los inventores han descubierto que es posible utilizar almidón nativo como agente filtrante obteniendo a partir del mismo una torta filtrante cuyo empleo resulta ventajoso en un procedimiento de filtración de aceite. En este sentido su empleo supone conseguir largos ciclos de vida útil, un aumento de los flujos de aceite de trabajo, ya que no atacan al material de los dispositivos de filtración convencionales (no resultan abrasivos frente a bujías, placas etc...). Además son seguros para su uso en contacto con alimentos y por lo tanto presentan ausencia de compuestos nocivos. Por otro lado presentan una mayor efectividad que los agentes filtrantes tradicionalmente utilizados para reducir la humedad y retener compuestos bioactivos de interés propios del aceite por ejemplo de oliva. Las tortas filtrantes así obtenidas como subproductos pueden ser reutilizadas y revalorizadas como fuente para la obtención de compuestos bioactivos o por aplicación directa como ingrediente alimentario o nutracéutico.

Por tanto en un aspecto la invención se refiere al uso de almidón nativo como agente filtrante en un procedimiento de filtración de aceite, en particular de aceite de oliva. En una realización particular hasta el 50% en peso del almidón nativo puede ser sustituido por otro o más agentes filtrantes. En una realización preferente dicho agente filtrante es celulosa.

El almidón nativo es un polisacárido vegetal formado por la unión de dos polímeros: amilosa (18-25%) y amilopectina (75-82%). La proporción entre ambos depende de la procedencia del almidón. La amilosa es un polímero lineal que tiene exclusivamente enlaces  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 4) entre los residuos de glucosa adyacentes. La estructura primaria sencilla de la amilosa permite una estructura secundaria regular de esta molécula: cada residuo forma un ángulo respecto al residuo precedente, lo cual favorece una conformación helicoidal, que queda estabilizada por la formación de enlaces por puentes de hidrógeno. La amilopectina es un polímero ramificado que contiene, además de los enlaces  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 4),

## ES 2 374 247 A1

algunos enlaces  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 6). La naturaleza ramificada de la amilopectina inhibe la formación de hélices, puesto que la hélice requiere 6 residuos por cada vuelta, y hay un punto de ramificación cada 10-20 residuos.

5 En el gránulo de almidón, amilosa y amilopectina se asocian mediante enlaces de hidrógeno, originando regiones micelares cristalinas. La estructura química definida le atribuye las propiedades adecuadas para conseguir algunas de las ventajas de la presente invención.

10 La naturaleza orgánica de los almidones nativos hace que se comporten elásticamente frente a las caídas de presión, de forma que la torta filtrante obtenida no se rompe tan fácilmente, aumentando su vida útil. Cuando se utilizan almidones en la etapa de abrillantado, la limpieza posterior es facilitada por la adhesión de las fibras.

Además, al estar compuestas exclusivamente por almidones, las tortas filtrantes que se describen en esta invención no son contaminantes, ya que se descomponen de forma natural al ser residuos biodegradables.

15 En otro aspecto la invención se relaciona con un procedimiento de filtración de aceite, en particular de aceite de oliva, en adelante el procedimiento de la invención. El procedimiento de filtración de aceite de la invención que comprende el uso de almidón en lugar de los agentes filtrantes tradicionales, para formar una torta filtrante de forma previa, permite obtener una conformación específica de la misma, capaz de reducir de una forma más eficiente la humedad en el aceite de partida. De este modo un solo ciclo de filtración es suficiente para eliminar de forma satisfactoria la  
20 humedad reduciendo su presencia a un contenido en humedad inferior al 0,09% en peso, y retener una gran cantidad de compuestos bioactivos. En una realización preferente la humedad se reduce a un contenido igual o inferior al 0,04% en peso.

El procedimiento de la invención comprende las siguientes etapas:

- 25
- (i) Mezcla de almidón nativo con aceite de partida,
  - (ii) Homogeneización de la mezcla,
  - 30 (iii) Introducción de la mezcla en un sistema de filtración,
  - (iv) Recirculación de dicha mezcla en el interior del sistema de filtración
  - (v) Obtención de una torta filtrante en el interior
  - 35 (vi) Filtración de aceite de partida y
  - (vii) Recuperación de aceite filtrado y
  - 40 (viii) Recuperación de una torta filtrante suplementada en compuestos bioactivos del aceite.

En una realización particular el aceite es aceite de oliva.

45 Aunque el procedimiento de la invención se puede realizar con cualquier aceite o mezcla de aceites, en una realización particular se lleva a cabo con un aceite rico en compuestos bioactivos, por ejemplo con aceite de oliva caracterizado por su alto contenido en los mismos.

50 En la etapa (i) se lleva a cabo la mezcla de un almidón nativo con aceite. La presente invención contempla de acuerdo con una realización particular la sustitución en el procedimiento de hasta el 50% en peso del almidón nativo por otro u otros agentes filtrantes. Dicho agente filtrante puede ser en principio cualquier agente de uso alimenticio, por ejemplo celulosas. En general tal y como se muestra en la Figura 1 en un depósito auxiliar, se mezcla una cantidad de aceite con el almidón nativo. Las cantidades relativas de aceite y almidón necesarias en cada caso varían en función del contenido en humedad y de sólidos suspendidos del aceite de partida. Conociendo el valor de humedad del aceite  
55 de partida sin filtrar, el experto en la materia puede ajustar fácilmente estas cantidades.

La homogeneización de la mezcla tiene lugar en el depósito auxiliar y se lleva a cabo batiendo el aceite con el almidón hasta obtener una mezcla homogénea donde el aceite adquiere una turbidez superior a la original, siendo prácticamente opaco al contener las partículas de agente filtrante en suspensión.

60 La mezcla homogénea se introduce en un dispositivo de filtración. La introducción puede hacerse por bombeo. Dicho dispositivo puede ser cualquier dispositivo convencional tal como un tanque de filtración o un filtro prensa. Una vez en el interior la mezcla se recircula durante un tiempo determinado y variable, hasta eliminar la turbidez de la mezcla homogénea anterior. Este hecho indica, que el almidón nativo ha sido retenido por el soporte de filtración que  
65 hay en el interior del tanque o filtro prensa dando lugar a la torta filtrante.

Opcionalmente después de la obtención de una primera torta filtrante es posible repetir sucesivamente las etapas anteriores (i) a (v) con una nueva cantidad de aceite o con una cantidad proveniente del sistema de filtración (ver F<sub>3</sub> en la Figura 1) obteniéndose una torta filtrante de mayor grosor formada por capas depositadas consecutivamente de almidón nativo. Dichas capas, dos o más, pueden ser del mismo tipo de almidón o de diferentes tipos de almidón y a su vez pueden ser cada una de un único tipo de almidón o de mezclas de dos o más.

Una vez que se obtiene la torta filtrante, se lleva a cabo la etapa de filtración de aceite. Una cantidad de aceite de partida (F<sub>0</sub>) se hace pasar por el dispositivo de filtración y por tanto a través de la torta filtrante. Se obtiene un aceite filtrado con un contenido reducido de humedad que se lleva a un tanque de almacenamiento T2. En una realización particular el aceite de partida se somete a una única etapa o ciclo de filtración reduciéndose su humedad a un contenido inferior al 0,09% en peso. El aceite recuperado se denomina de primera pasada. En otra realización particular el aceite se somete a más de una etapa o ciclo de filtración consecutiva reduciéndose aún más su contenido en humedad.

Durante el procedimiento de la invención se pueden realizar adiciones periódicas de almidón nativo repitiendo las etapas (i) a (v) para regenerar la torta filtrante.- En este sentido se puede ampliar la vida útil de la torta filtrante mediante adiciones periódicas de almidón nativo, modificando el índice de saturación de la torta y permitiendo filtrar una mayor cantidad de aceite de partida.

El diagrama de flujo del procedimiento de la invención se muestra en la Figura 1. En él se ilustra como una cantidad de almidón nativo o mezcla de almidones nativos (A1) se mezcla con aceite (F1) hasta su homogeneización y es bombeado (F2) al interior del dispositivo de filtración (filtrador). La mezcla es mantenida en recirculación hasta que el almidón es retenido por el soporte del sistema de filtración utilizado en cada caso (desbastado o abrillantado) formándose típicamente una capa de torta filtrante de varios milímetros sobre su superficie. El aceite filtrado (F3) puede destinarse ya a envasado o alternativamente se envía de nuevo al mezclador donde se le puede añadir más cantidad del mismo almidón (A1), o de otro almidón nativo de otro origen (A2). Las etapas de formación de torta filtrante puede repetirse (F4, F5, ..., F<sub>n</sub>) para conseguir una torta filtrante de mayor espesor, más resistente, que permita filtrar una mayor cantidad de aceite en la etapa (vi). De este modo repitiendo la deposición de sucesivas capas estratificadas de almidón nativo es posible elaborar una torta filtrante más porosa para que el procedimiento de filtración se lleve a cabo con más facilidad. Esto último va a depender de las características del aceite (contenido en humedad y sólidos suspendidos que presenta). Una vez obtenida la torta filtrante, se da entrada al aceite a filtrar (F0) obteniendo un aceite con humedad reducida (P) y una torta filtrante suplementada con compuestos bioactivos procedentes del aceite.

Los inventores de la presente invención han observado que la naturaleza de los almidones condiciona que puedan o no ser utilizados durante el procedimiento. Así, todos los almidones nativos utilizados en diversos ensayos han dado buenos resultados, aún siendo de distinta procedencia: almidones de cereales como por ejemplo de trigo, arroz y maíz, y almidones de tubérculos como el de patata. Cualquier almidón nativo por tanto o mezcla de los mismos puede ser empleada en el procedimiento de la invención. Por la similitud estructural de los almidones, pueden utilizarse almidones nativos de otros cereales, tubérculos o frutas. Sin embargo, cuando los almidones han sido sometidos a algún tipo de tratamiento físico-químico diferente al realizado para su extracción, ya no pueden ser utilizados debido a que no se adhieren al soporte para formar la primera capa, y no son retenidos por los sistemas de filtración.

Este es el caso de algunos almidones como el almidón pregelatinizado de maíz, con el que se realizó un estudio a escala de laboratorio, donde al evaluar la funcionalidad del mismo se obtuvieron buenos resultados [Lozano-Sánchez, J.; Segura-Carretero, A.; Fernández-Gutierrez, A. "Characterisation of the phenolic compounds retained in different organic and inorganic filter aids used for filtration of extra virgin olive oil", *Food Chem.* 124 (2011) 1146-1150], pero que sin embargo, pierden su funcionalidad como agente filtrante al extrapolarlo a planta piloto o a escala industrial.

El pre-tratamiento realizado sobre el almidón nativo cambia las propiedades fisicoquímicas de los mismos, como el tamaño de partícula, y su comportamiento cuando se someten a presiones elevadas e incrementos de temperatura. Al modificarse sus características originales se impide la formación de la torta al no depositarse adecuadamente sobre los diferentes soportes, y se dificulta el proceso de limpieza y descarga de los tanques de filtración o filtros prensa.

Los inventores han realizado una comparativa entre tortas filtrantes compuestas por diferentes agentes filtrantes filtrando la misma cantidad de aceite de igual procedencia.

La Tabla 1 muestra los valores de humedad obtenidos para el aceite de partida antes de filtrar y una vez filtrado, empleando en el procedimiento los agentes filtrantes tradicionales (representativos de aquellos que son usados en la industria oleícola en la actualidad) así como el nuevo agente filtrante constituido a base de almidón nativo.

**Tabla 1. Porcentaje medio de Humedad determinado en base al REGLAMENTO (CEE) No 2568/91 y posteriores modificaciones**

Agente filtrante utilizado	% en peso
Aceite sin filtrar	0.24
Filtrado con Celite®	0.09
Filtrado con Vitacel®	0.13
Filtrado con Almidón Nativo	0.04

La mayor reducción de humedad en el aceite de partida se consigue cuando se emplea almidón nativo como agente filtrante, lo que es de especial importancia para evitar que se inicien reacciones de autoxidación de los lípidos presentes en la fracción mayoritaria del aceite. Cuando el aceite es desbastado o abrillantado empleando almidón nativo como único agente filtrante, se consigue una mayor reducción de humedad, de forma que el aceite puede ser envasado directamente sin llevar a cabo más de un ciclo de filtración, lo que no sucede con los agentes filtrantes tradicionales.

En otro aspecto la invención se refiere a la torta filtrante que se obtiene del procedimiento de filtración de aceite de la invención y que se obtiene como subproducto del mismo. Esta torta filtrante resultante, comprende almidón nativo suplementado con compuestos bioactivos procedentes del aceite, en particular del aceite de oliva, tales como triglicéridos y polifenoles, entre otros. Por compuestos bioactivos en el contexto de la invención han de entenderse los compuestos presentes en un aceite capaces de proporcionar un efecto terapéutico y/o profiláctico a un humano o animal. Es decir, que su administración afecta beneficiosamente a una o más de las funciones del organismo, mejora el estado de salud y/o reduce el riesgo de padecer determinadas enfermedades. Este subproducto puede ser usado como un ingrediente alimentario ya que tiene aplicaciones similares a las del almidón, es decir, por ejemplo como agente espesante, gelificante y de recubrimiento, mejorando las propiedades reológicas y fisicoquímicas de los alimentos a los que se incorpora pero con un valor añadido debido a su alto contenido en compuestos bioactivos del aceite en concreto. En una realización particular la torta comprende hasta un 50% en peso de otro agente filtrante de uso alimenticio en lugar de almidón nativo.

Por tanto en otro aspecto la invención se relaciona con el empleo de la torta filtrante que se obtiene del procedimiento de filtración de aceite de la invención como ingrediente alimentario o nutracéutico.

Además en otro aspecto la invención se relaciona con el empleo de la torta filtrante como material de partida para la obtención de compuestos bioactivos del aceite, en particular del aceite de oliva. Dicha obtención se lleva a cabo mediante procedimientos que comprenden una o más etapas convencionales de purificación y/o extracción de compuestos bioactivos, por ejemplo, extracción sólido-líquido, spray dry, cromatografía preparativa, fluidos presurizados y fluidos supercríticos. Ejemplos de dichos compuestos son los polifenoles, como por ejemplo el hidroxitirosol.

En otro aspecto la invención se refiere a un aceite obtenido mediante el procedimiento de purificación de aceite de la invención, denominado "de primera pasada" si se ha sometido a una sola etapa o ciclo de filtración, con un contenido reducido en humedad inferior al 0,09% en peso. En otra realización particular se obtiene un aceite que se ha sometido a más de una etapa o ciclo de filtración y presenta un contenido en humedad aún menor.

En la Tabla 2 quedan recogidos los datos de cuantificación que muestran el alto contenido en hidroxitirosol de la torta filtrante obtenido por el procedimiento de filtración de la invención utilizando aceite de oliva. El valor de concentración asciende al orden de 20 a 30 veces mayor que en el aceite de partida.

La Figura 2 representa el Cromatograma del Ion Extraído del hidroxitirosol (HYTY) en los diferentes filtros obtenido mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas.

Como se muestra en la Tabla 2, la capacidad de retención de HYTY de este tipo de tortas de filtración es de 15 a 20 veces superior que en los agentes filtrantes inorgánicos (Celite®), y más del doble que los orgánicos (Vitacel®).

**Tabla 2. Cuantificación del contenido en HYTY: mg analito/kg muestra. Valor= X ± SD**

5	Recta de Calibrado	$y = 7008947.4233x - 71660.7107, R^2=0.9963$
	Muestra	mg de analito/ Kg de muestra
10	Aceite	$3.708 \pm 0.277$
15	Celite®	$5.116 \pm 0.021$
	Vitacel®	$40.150 \pm 0.423$
20	Almidón Nativo Patata	$93.426 \pm 2.249$
25	Mezcla de Almidones Nativos (Patata + Trigo)	$71.095 \pm 1.608$

*Análisis de las muestras**Determinación de los parámetros de calidad del aceite filtrado y sin filtrar*

Los parámetros de calidad del aceite sin filtrar y filtrado han sido determinados en base al REGLAMENTO (CEE) No 2568/91 DE LA COMISIÓN de 11 de julio de 1991 [<http://vlex.com/vid/caracteristicas-aceites-orujo-analisis-15487866>] y sus posteriores modificaciones, relativo a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sobre sus métodos de análisis.

*Caracterización cualitativa y cuantitativa de HYTY*

La extracción sólido-líquido del analito de interés y el análisis mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en los filtros se ha llevado a cabo de acuerdo con el procedimiento de extracción [Lozano-Sánchez, J.; Segura-Carretero, A.; Fernández-Gutierrez, A. "Characterisation of the phenolic compounds retained in different organic and inorganic filter aids used for filtration of extra virgin olive oil", *Food Chem.* 124 (2011) 1146-1150] y el método analítico descrito previamente [Lozano-Sánchez, J.; Segura-Carretero, A.; Menéndez, J.A.; Oliveras-Ferreros, C.; Cerretani, L.; Fernández-Gutierrez, A. "Prediction of Extra Virgin Olive Oil Varieties through Their Phenolic Profile. Potential Cytotoxic Activity against Human Breast Cancer Cells". *J. Agric. Food Chem.* 58 (2010) 9942-9955.].

**Modo de realización de la invención***Producción de tortas de filtración*

El procedimiento de filtración puede ser llevado a cabo en todos los tanques de filtración o filtros prensa que se encuentran disponibles en el mercado actual. A modo de ejemplo, no limitativo, se presentan los resultados obtenidos al utilizar un tanque de filtración constituido por 425 muelles de bujías, dotado con un depósito auxiliar con una capacidad de 250 litros donde se realiza la mezcla del aceite con el agente filtrante o con mezclas de los mismos.

## Procedimiento 1

En el depósito auxiliar de 250 litros de capacidad, se mezclan 200 litros de aceite de oliva con 50 kg de almidón de patata (la relación almidón: aceite en la mezcla es 1:4). Se realiza el batido durante 10 minutos para obtener una mezcla homogénea y opaca con las partículas de almidón en completa suspensión. A continuación, la mezcla se bombea al interior del tanque de filtración y se mantiene en recirculación dentro del tanque durante 20 minutos, momento en el que el aceite adquiere su limpidez original, indicativo de que el almidón se ha depositado sobre las bujías y se ha formado la torta filtrante.

Se da paso al aceite a filtrar por el interior del tanque, trabajando a un caudal de 5200 l/h.

## ES 2 374 247 A1

### Procedimiento 2

En este caso, la materia prima para la elaboración de la torta es una mezcla de almidones de diferente procedencia: combinación de almidón de tubérculos con cereales, o de tubérculos entre sí o de cereales entre sí.

Para elaborar este tipo de tortas se introducen 200 litros de aceite de oliva y 25 kg de almidón de patata en el depósito auxiliar y se realiza un batido durante 10 minutos para obtener una mezcla homogénea y opaca. A continuación, la mezcla se bombea al interior del tanque de filtración y se mantiene en recirculación dentro del tanque durante 15 minutos momento en el que el aceite adquiere su limpidez original, indicativo de que el almidón se ha depositado sobre las bujías y se ha formado la primera capa de la torta filtrante constituida a base de almidón de patata. Se pasa nuevamente el mismo aceite que contenía en suspensión los primeros 25 kg de almidón de patata (200 litros) al depósito auxiliar donde se mezclan con otros 25 kg de almidón nativo, que puede ser de cereales. En ambos casos, se realiza el batido durante 10 minutos y la mezcla es bombeada al interior del tanque, manteniéndose en recirculación durante otros 10 minutos, formándose una nueva capa sobre la anterior.

Este tipo de tortas permiten filtrar aceite con una humedad de 0.24% en tanques constituidos por 425 muelles de bujías a un caudal de 5200 l/h en el caso de una torta constituida por la mezcla de almidón de patata y de trigo, y a 6300 l/h para el caso de una torta formada por almidón de patata y de arroz.

El tiempo que se tarda en filtrar 10.500 kg de aceite con los 50 kg de torta son de 120 minutos para la torta formada a base de almidón de patata solamente; 120 minutos para su mezcla con almidón nativo de trigo y 100 minutos para su mezcla con almidón nativo de arroz respectivamente (la relación agente filtrante:aceite filtrado en este caso es de 1:210 en todos los casos).

En la siguiente tabla se pueden observar los mejores valores de presión, caudales y tiempos correspondientes a las experiencias llevadas a cabo, siendo a modo de ejemplo, no limitativo, los resultados mostrados.

**Tabla 3. Parámetros tecnológicos de las mejores tortas filtrantes en función del caudal del trabajo que permiten\***

Procedimiento	Torta filtrante (50Kg)	Caudal (L/h)	Tf (min.)	ΔP (bares)
1	Almidón patata	5200	120	0.5
2	50:50 almidón patata: almidón trigo	5200	120	1.0
	50:50 almidón patata: almidón arroz	6300	100	0.5

\* Los valores indicados en la tabla 3 son para relaciones 1:4 en la formación de la torta y 1:210 al final del proceso de almidones puros o sus mezclas: aceite con una humedad de partida de 0.24%. Tf = tiempo de filtración, sin tener en cuenta los tiempos de carga y descarga de los tanques provistos de bujías.

Los mejores resultados, en términos de caudal de trabajo, se han obtenido con el segundo procedimiento: torta constituida por la mezcla de almidón de patata: almidón de arroz. No se aprecian diferencias en los resultados obtenidos si en el segundo procedimiento se modifica el orden de mezcla de los agentes filtrantes con el aceite.

Respecto a la cantidad de HYTY retenido por estas tortas filtrantes, los resultados se muestran en la siguiente Tabla 4.

Muestra	mg de HYTY / Kg de muestra
Almidón Patata	93.426 ± 2.249
Mezcla de Almidones (Patata + Trigo)	71.095 ± 1.608

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de filtración de aceite que comprende las siguientes etapas:

5

(ix) Mezcla de almidón nativo con aceite de partida,

(x) Homogeneización de la mezcla,

10

(xi) Introducción de la mezcla en un sistema de filtración,

(xii) Recirculación de dicha mezcla en el interior del sistema de filtración,

(xiii) Obtención de una torta filtrante en el interior,

15

(xiv) Filtración de aceite de partida, y

(xv) Recuperación de aceite filtrado, y

20

(xvi) recuperación de una torta filtrante suplementada en compuestos bioactivos del aceite.

2. Procedimiento de filtración de aceite según la reivindicación 1 en el que el aceite es de oliva.

25

3. Uso de almidón nativo como agente filtrante en el procedimiento de filtración de aceite.

4. Torta filtrante obtenible según el procedimiento de filtración de las reivindicaciones 1 o 2, que comprende almidón nativo suplementado con compuestos bioactivos.

30

5. Empleo de la torta filtrante según la reivindicación 4, como ingrediente alimentario o nutracéutico.

6. Empleo de la torta filtrante según la reivindicación 5, como material de partida para la obtención de compuestos bioactivos de aceite.

35

7. Aceite obtenido mediante el procedimiento de purificación de aceite según las reivindicaciones 1 o 2, con un contenido en humedad inferior al 0,09% en peso.

40

45

50

55

60

65

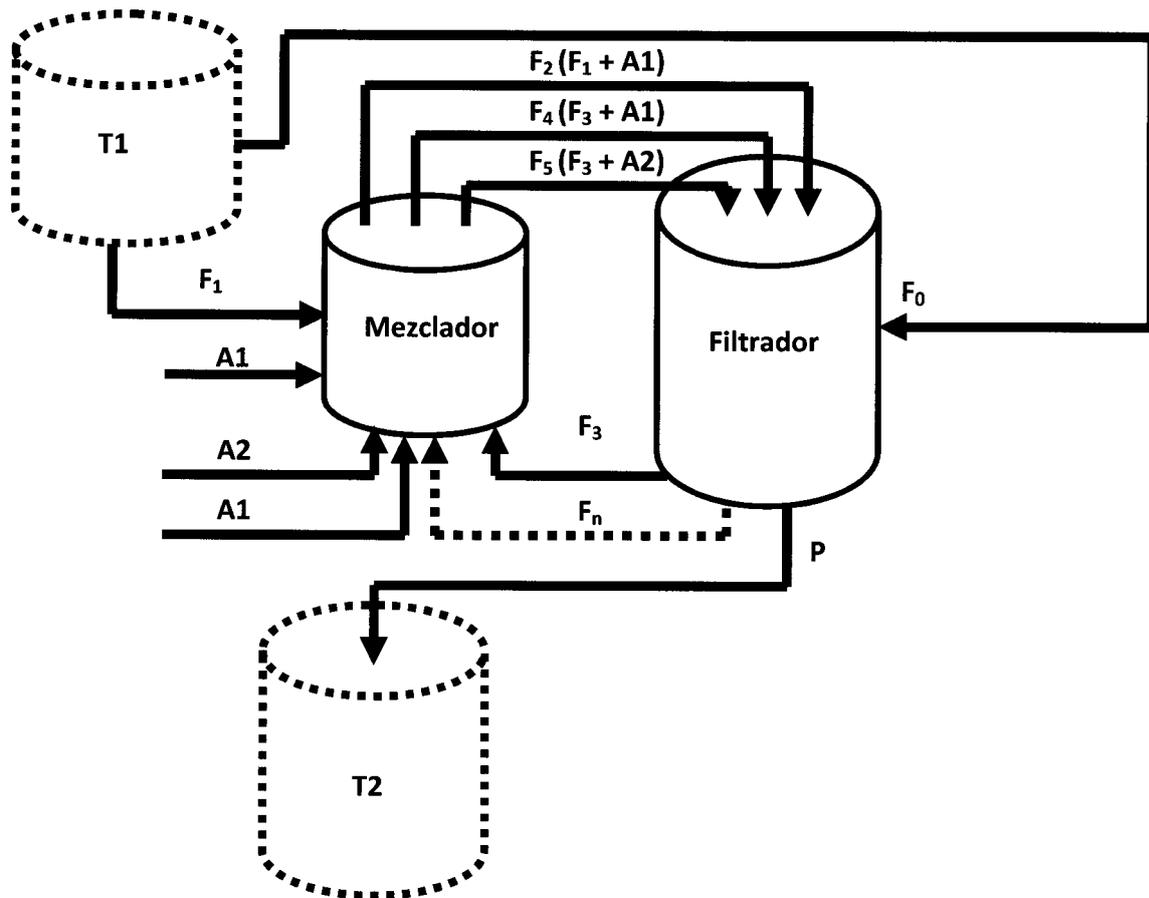


Figura 1

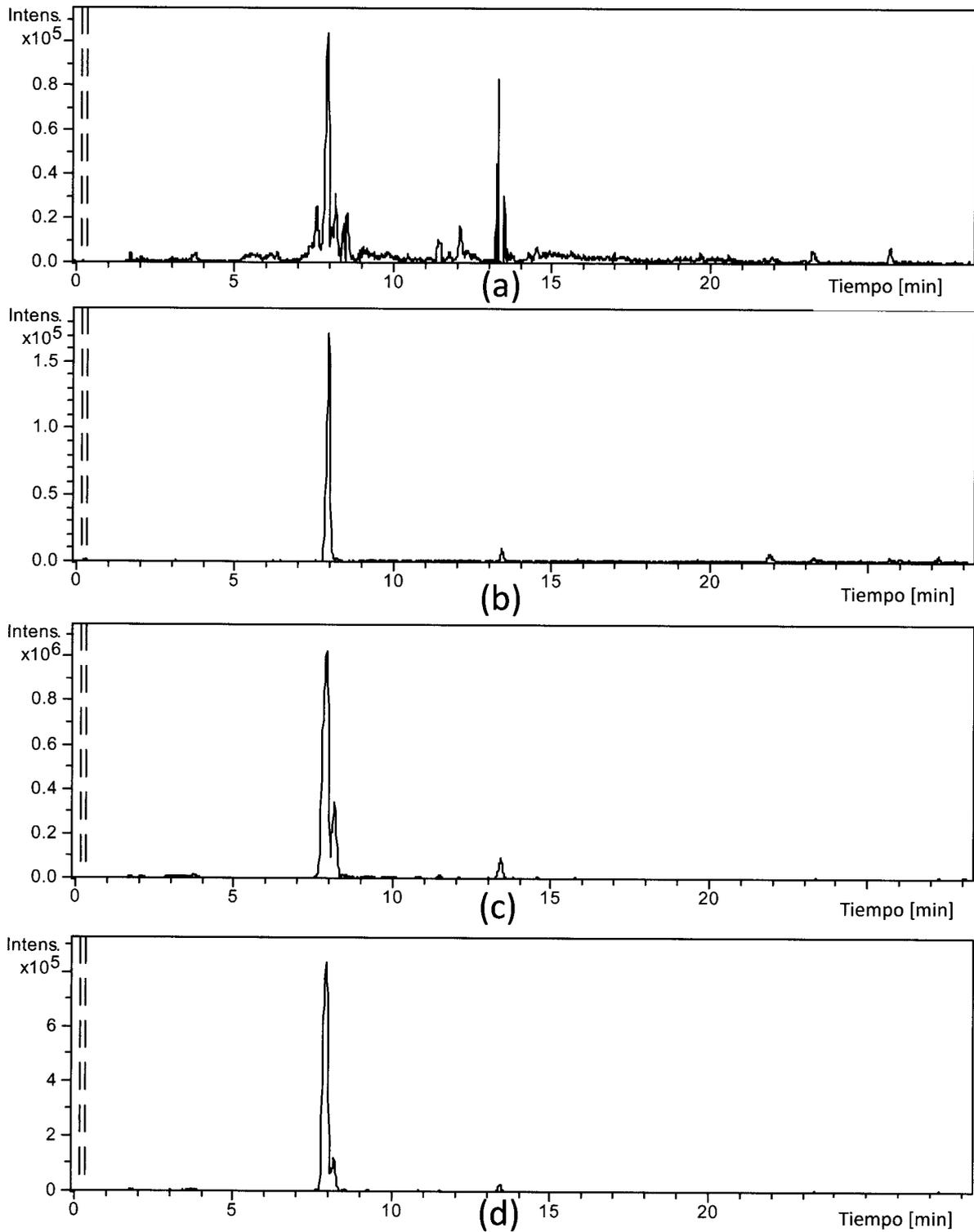


Figura 2



OFICINA ESPAÑOLA  
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②<sup>1</sup> N.º solicitud: 201101121

②<sup>2</sup> Fecha de presentación de la solicitud: 13.10.2011

③<sup>2</sup> Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤<sup>1</sup> Int. Cl.: **B01D37/02** (2006.01)

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ <sup>6</sup> Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	LOZANO-SANCHEZ, J. et al. Filtration process of extra virgin olive oil: effect on minor components, oxidative stability and sensorial and physicochemical characteristics. Trends in Food Science & Technology, 2010, vol. 21, pág. 201-211. Ver Fig.1; página 202, párrafo 3 – página 203, párrafo 3.	1-7
Y	GB 2026884 A (ROQUETTE FRERES) 21.06.1978, página 1, líneas 1-38; página 3, líneas 39-54; reivindicaciones 1-15.	1-5,7
Y	LÓZANO-SANCHEZ, J. et al. Characterisation of the phenolic compounds retained in different organic and inorganic filter aids used for filtration of extra virgin olive oil. Food Chemistry, 01.02.2011. Vol. 124, nº 3, pág. 1146-1150. Ver abstract, tabla 1, puntos 2.3 y 2.4.	6

#### 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  
30.01.2012

Examinador  
J. López Nieto

Página  
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01D

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, SCIENCE DIRECT

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 30.01.2012

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-7	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 1-7	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión.-**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

**1. Documentos considerados.-**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	LOZANO-SANCHEZ, J. et al. Filtration process of extra virgin olive oil: effect on minor components, oxidative stability and sensorial and physicochemical characteristics. Trends in Food Science & Technology, 2010, vol. 21, pág. 201-211. Ver Fig.1; página 202, párrafo 3 – página 203, párrafo 3.	
D02	GB 2026884 A (ROQUETTE FRERES)	21.06.1978
D03	LOZANO-SANCHEZ, J. et al. Characterisation of the phenolic compounds retained in different organic and inorganic filter aids used for filtration of extra virgin olive oil. Food Chemistry, 01.02.2011. Vol. 124, nº 3, pág. 1146-1150. Ver abstract, tabla 1, puntos 2.3, 2.4.	

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

La invención se refiere a un procedimiento de filtración de aceite, en particular aceite de oliva, basado en el empleo de una torta filtrante de almidón nativo que consta de los siguientes pasos: mezcla de almidón nativo con el aceite de partida, homogeneización, introducción de la mezcla en un sistema de filtración, recirculación de la mezcla en el sistema de filtración, obtención de una torta filtrante en el interior, filtración del aceite de partida a través de la torta filtrante y recuperación del aceite filtrado y la torta filtrante suplementada con compuestos bioactivos de aceite (reivindicaciones 1-3)

Se reivindica también la torta filtrante obtenible con el procedimiento anterior y su uso como ingrediente alimentario o nutracéutico, así como su utilización como material de partida para obtención de compuestos bioactivos de aceite (reivindicaciones 4-6)

Se reivindica un aceite con un contenido de humedad inferior al 0.09% en peso obtenido con el procedimiento de la invención (reivindicación 7)

El documento D01 describe diferentes sistemas de filtración para aceite de oliva extravirgen (EVOO), entre los que se encuentra uno basado en la formación de una torta filtrante, para ello se mezcla el aceite con un agente de filtración y se introduce en el sistema de filtración, se hace recircular de manera que el agente filtrante va depositándose hasta formar una torta filtrante del espesor deseado, a continuación se filtra a través de ella el aceite de partida que pasará después a un tanque de almacenamiento antes de ser embotellado.

El agente filtrante utilizado en este documento es tierra de diatomeas, aunque se indica que los materiales orgánicos fibrosos son cada vez más utilizados (Fig.1; pág.202, párrafo 3-pág.203 párrafo 3)

El documento D02 divulga un procedimiento de filtración de líquidos alimentarios en el que se utiliza almidón nativo como agente filtrante. En el procedimiento se crea una capa de almidón nativo a través de la cual se hace pasar el líquido que se quiere filtrar junto con almidón en suspensión. La capa filtrante de almidón nativo se forma haciendo circular sobre el filtro la suspensión del líquido a filtrar con almidón nativo.

En este documento se menciona la utilización de la torta filtrante resultante del proceso de filtración para la alimentación humana y animal (pág.1, lín 1-38; pág.3, lín.39-54; reivindicaciones 1-15)

El documento D03 hace referencia al trabajo realizado para identificar y cuantificar compuestos bioactivos (compuestos fenólicos) retenidos en diferentes tipos de filtros utilizados en procesos de filtración de aceite de oliva virgen extra. Uno de los agentes de filtración fue el almidón pregelatinizado y las columnas de filtración obtenidas con este material a partir de las cuales se extrajeron los compuestos bioactivos del aceite (abstract, tabla 1, puntos 2.3, 2.4)

Las reivindicaciones 1-7 cumplen el requisito de novedad en el sentido del Art.6.1 Ley de Patentes 11/86.

Las reivindicaciones 1-7 no cumplen el requisito de actividad inventiva en el sentido del Art.8.1 Ley de Patentes 11/86 por los siguientes motivos:

La invención se diferencia del estado de la técnica divulgado en D01 en que en dicho documento se utiliza tierra de diatomeas como agente filtrante y la torta filtrante obtenida al final del proceso de filtración no se utiliza para alimentación o para la obtención de compuestos bioactivos de aceite. Sin embargo, en D02 se describe la utilización de almidón nativo como agente filtrante y un procedimiento de filtración de líquidos alimentarios a través de una torta de almidón nativo, así como la torta filtrante final y su utilización para alimentación. Sería obvio para un experto en la materia la utilización de almidón nativo como agente de filtración, en lugar de tierra de diatomeas, con el procedimiento de filtración descrito en D01 a fin de obtener el procedimiento de la invención. Por lo tanto, teniendo en cuenta el estado de la técnica divulgado en los documentos D01 y D02 se considera que las reivindicaciones 1-5 y 7 no cumplen el requisito de actividad inventiva en el sentido del Art.8.1 Ley de Patentes 11/86.

Según el estado de la técnica divulgado en D01 y D03, se considera que para un experto en la materia sería obvia la posibilidad de utilizar la torta filtrante de almidón nativo obtenida al final del proceso de filtración para obtener compuestos bioactivos de aceite. Por lo tanto, la reivindicación 6 no cumple el requisito de actividad inventiva en el sentido del Art.8.1 Ley de Patentes 11/86.