

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 437 543**

21 Número de solicitud: 201230883

51 Int. Cl.:

C08B 30/04 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

07.06.2012

43 Fecha de publicación de la solicitud:

10.01.2014

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD MIGUEL HERNÁNDEZ DE ELCHE
(100.0%)
Avenida de la Universidad, s/n
03202 Elche (Alicante) ES**

72 Inventor/es:

**SÁNCHEZ ZAPATA, Elena Jose;
FUENTES ZARAGOZA, Evangélica;
PÉREZ ÁLVAREZ, José Ángel;
FERNÁNDEZ LÓPEZ, Juana;
NAVARRO RODRÍGUEZ DE VERA, Casilda;
SAYAS BARBERÁ, María Estrella;
SENDRA NADAL, Esther y
VIUDA MARTOS, Manuel**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **Procedimiento para la obtención de almidón a partir de chufa (*Cyperus esculentus*) y de subproductos de la chufa para uso alimentario y para la fabricación de plásticos**

57 Resumen:

Procedimiento para la obtención de almidón a partir de chufa (*Cyperus esculentus*) y de subproductos de la chufa para uso alimentario y para la fabricación de plásticos.

La presente invención se engloba dentro del campo de la obtención de almidón para uso alimentario, y para la fabricación de bioplásticos mediante la adición de un plastificante y la utilización de tratamientos termomecánicos. En concreto, esta invención describe un método para la extracción de almidón a partir de la chufa y de sus derivados.

ES 2 437 543 A1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la obtención de almidón a partir de chufa (*Cyperus esculentus*) y de subproductos de la chufa para uso alimentario y para la fabricación de plásticos.

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención se engloba dentro del campo de la obtención de almidón para uso alimentario, y para la fabricación de bioplásticos mediante la adición de un plastificante y la utilización de tratamientos termomecánicos. En concreto, esta invención describe un método para la extracción de almidón a partir de la chufa y de sus derivados.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Se entiende por biomateriales aquellos materiales fabricados de compuestos de origen animal o vegetal, como proteínas, lípidos, polisacáridos y demás compuestos sintetizados a partir de organismos vivos. Se definen como bioplásticos aquellos biomateriales cuyas características termomecánicas se asemejan a las de los plásticos originados a partir de polímeros sintéticos derivados del petróleo y que, gracias a estas características termomecánicas, pueden llegar a desempeñar el cometido de los plásticos sintéticos en determinadas aplicaciones. El almidón es un polisacárido de origen vegetal, que puede usarse, como se ha dicho, en el sector alimentario y en la fabricación de bioplásticos.

Las diferentes funciones de estos nuevos biomateriales van desde la producción de plásticos biodegradables para el empaquetado hasta la fabricación de films o adhesivos, los cuales tienen, entre otras ventajas, la propiedad de ser biodegradables; por otra parte, su elaboración supone una gran oportunidad para que ciertos productos secundarios de la industria alimentaria encuentren un nuevo uso y con ello aumenten su valor.

Además, la importancia de estos nuevos materiales biodegradables no sólo radica en la reducción del volumen de residuos; también conllevan un importante ahorro de las reservas petrolíferas destinadas a la producción de polímeros sintéticos.

El uso de almidones como biopolímeros para la obtención de films y recubrimientos es ya conocido. Varios autores han descrito la posible utilización de almidones de distintas fuentes vegetales (patata, maíz, arroz, etc.) en la preparación de films homogéneos, transparentes, fuertes y resistentes al agua mediante la dispersión del almidón en un disolvente que contiene plastificante, para después esparcir la solución formadora del film y someterla a secado. Algunos ejemplos de estos métodos se describen en:

- Mensitieri et al., 2010, "Processing and shelf life issues of selected food packaging materials and structures from renewable resources". Trends in Food Science & Technology, 1-9.
- Zeng et al., 2010, "Mechanical Properties of Thermo-moulded Biofilms in Relation to Proteins/Starch Interactions". Food Biophysics, 1-9.
- López et al., 2008, "Film forming capacity of chemically modified corn starches". Carbohydrate Polymers 73 (4), 573-581.
- Micard et al., 2000, "Wheat Gluten Film: Improvement of Mechanical Properties by Chemical and Physical Treatments" in Wheat Gluten 2000 Proceedings, Ed. P.R. Shewry, Cambridge, U.K.: Royal Society of Chemistry. 356.360.
- Krotcha, J.M. 1997, "Edible Composite Moisture Barrier Films" in Packaging Yearbook: 1996, Ed. B. Blakistone, Washington, D.C.: National Food Processors Association. 38-44.

Sin embargo, en ningún documento del estado de la técnica se menciona el uso de la chufa, o de sus derivados, con estos fines; tomando como ejemplo la elaboración de la horchata, sus subproductos suponen hasta el 60% del material vegetal original, de manera que la gestión final de estos residuos supone un problema. Su destino más común es la alimentación animal o la utilización como combustible orgánico, así como la producción de chufas de destrío o de uso no alimentario.

La chufa, además, contiene entre 22% y un 30% de almidón, el doble, por ejemplo, que las patatas, lo que la convierte en una fuente interesante de materia prima para la industria alimentaria y el sector de los bioplásticos.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a la obtención de almidones, y de bioplásticos derivados de éstos, a partir de la chufa y de los subproductos de la horchata de chufa. Como se dijo anteriormente, aunque la obtención de films a partir de biopolímeros de almidón obtenidos de fuentes vegetales es conocida, el estado de la técnica no contempla el uso de almidones de la chufa para esta función.

En el aspecto inventivo más general de la invención, el almidón se obtiene siguiendo el siguiente método:

- a) Hidratación de la chufa con agua destilada a una temperatura de entre 4 °C y 40°C.
- b) Triturado de la chufa hidratada.
- c) Prensado del producto resultante en el paso anterior.
- 5 • d) Filtrado de las fases líquida y sólida resultantes del paso anterior mediante un filtro con un nivel de retención de partículas comprendido entre 5 µm y 25 µm.
- e) Mezclado de la fase líquida resultante del paso anterior con un agente blanqueador de concentración comprendida entre 0,5 g/l y 15 g/l mediante su agitación a una velocidad de entre 5 y 750 revoluciones por minuto hasta alcanzar un pH básico.
- 10 • f) Mezclado del producto obtenido en el paso anterior con un agente precipitante, a una velocidad de entre 5 y 750 revoluciones por minuto.
- g) Recogida del precipitado por medio de filtros de membrana con un tamaño de poro de entre 1 µm y 12 µm o por medio de filtros de celulosa con una retención de partículas entre 2,5 µm y 15 µm.
- h) Lavado en agua destilada a una temperatura entre 4°C y 40°C.
- 15 • i) Secado del producto en una estufa a una temperatura entre 5°C y 200°C.

En el estado de la técnica, para la obtención de almidón a partir de vegetales se sigue un proceso en el cual se trabaja siempre en condiciones ácidas. Ventajosamente, se ha descubierto en el desarrollo de la presente invención que la obtención de almidón a partir de la chufa puede conseguirse en condiciones básicas, y lo que resulta aún más sorprendente, que precisamente es en estas condiciones básicas (concretamente, para valores de pH entre 8 y 9) donde se obtiene un mayor rendimiento de extracción de almidón.

Por tanto, la extracción de almidón a partir de la chufa según este método no sólo tiene la ventaja de hacer posible el aprovechamiento de subproductos resultantes de la utilización de la chufa para obtener, por ejemplo, horchata, sino que además se diferencia del estado de la técnica en que el rendimiento en la obtención de almidón se maximiza para los valores de pH básicos mencionados.

En referencia, precisamente, a la obtención de almidón a partir de los subproductos de la horchata, los pasos a seguir son los mismos que se han enumerado anteriormente teniendo en cuenta que los dos primeros pasos, hidratación y triturado son etapas que se llevan a cabo en la obtención del subproducto de la chufa.

En la etapa b), el triturado puede llevarse a cabo, por ejemplo, con un molino triturador de acero inoxidable, cuyo tamiz, preferentemente, tenga unas dimensiones de entre 0,1mm y 10mm.

En la etapa d), los filtros que normalmente se utilizan son de algodón o de papel de celulosa.

En la etapa e), se puede conseguir el pH deseado y la correcta homogeneización del agente blanqueador y la fase líquida obtenida en el paso anterior con una gran variedad de valores de concentración de agente blanqueador (entre 0,5 g/l y 15 g/l) y de velocidad de agitación (entre 5 rpm y 750 rpm), como ya se ha mencionado. El tiempo de homogeneización es variable; normalmente, su valor está comprendido entre 1 y 24 horas. Con respecto al agente blanqueador utilizado, es usual que se trate de uno de los siguientes: dióxido de titanio, dióxido de azufre, sulfito sódico, sulfito ácido de sodio, metabisulfito sódico, metabisulfito potásico o sulfito cálcico.

En la etapa f), de igual forma, tanto la velocidad de agitado como el tiempo necesario para que se produzca el precipitado pueden tomar valores muy distintos: entre 5 rpm y 750 rpm, y entre 6 y 48 horas respectivamente. Los agentes precipitantes más comunes son las sales básicas, entre las que cabe mencionar: cloruro de calcio, carbonato de hierro, sulfato de aluminio, sulfato de amonio, sulfato de cobre, nitrato de magnesio o nitrato de amonio.

El depósito en el que se realizan las mezclas de las dos etapas anteriores puede estar fabricado de diversos materiales que se adapten a las características de los procesos llevados a cabo; el acero inoxidable es uno de ellos.

Por último, el tiempo necesario para el secado en estufa del paso i) varía en función de la temperatura y de las características de la estufa; los valores habituales están comprendidos entre 6 y 72 horas. Ejemplos de estufas adecuadas para este secado son las de convección natural, las de convección forzada o las de vacío.

Una vez se tiene el almidón, es posible utilizarlo para la fabricación de bioplásticos de igual modo a cómo puede hacerse en el caso de los almidones de otros vegetales. Sin embargo, los materiales biodegradables obtenidos a partir del empleo de almidones como biopolímeros son generalmente frágiles y quebradizos; para que estos bioplásticos tengan valores de elasticidad y consistencia similares a los obtenidos en polímeros sintéticos debe añadirse un plastificante que aumente la cohesión y la resistencia. Los plastificantes utilizados en el caso del almidón se seleccionan, habitualmente, del grupo formado por agua, glicerina, sorbitol, glicerol, propilenglicol, sucrosa, polietilenglicol, ácidos grasos, monoglicéridos y mezclas de los mismos. No obstante, pueden usarse otros compuestos cuyas características moleculares sean similares a éstos.

El procedimiento de mezclado del almidón y los plastificantes se realiza en un dispositivo de mezclado discontinuo, tales como una amansadora o una extrusora, cuya velocidad en revoluciones por minuto puede variar ampliamente; se han

alcanzado los resultados buscados para velocidades entre 2 rpm y 1000 rpm. En cuanto a la temperatura, se consigue un mezclado adecuado en condiciones isotermas a temperaturas tanto menores como mayores que las de gelificación del almidón: de nuevo el rango posible es muy amplio, entre 10°C y 200°C; la concentración de plastificante, por su parte, no suele ser superior al 60%.

El posterior moldeo, igualmente, puede realizarse en condiciones de presión y temperatura muy dispares: entre 0 y 500 bares y entre 10°C y 200°C respectivamente.

EXPOSICIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

A continuación se detallan tres ejemplos de realización de la invención; su propósito es meramente ilustrativo, sus características no son limitativas para la invención.

Ejemplo 1. Extracción de almidón de chufa.

Esta realización particular comprende los siguientes pasos:

-hidratación de las chufas con una proporción chufa-agua del 50%.

-triturado de las chufas hidratadas en un molino triturador de acero inoxidable con tamiz de 5 mm al que se añade un caudal uniforme de agua de 3 litros por kilogramo de chufa inicial.

-prensado manual.

-filtrado con un filtro de papel de celulosa, con una retención de partículas de 12 µm.

-mezclado del líquido filtrado en un recipiente de acero inoxidable con una concentración de dióxido de titanio de 2 g/l durante 8 minutos hasta alcanzar un pH de 8,3. Homogeneización por agitación durante 6 horas a una velocidad de 250 rpm.

-mezclado del producto obtenido con cloruro de calcio hasta alcanzar un pH de 8,5, y agitado durante 10 minutos a una velocidad de 250 rpm. El producto resultante se deja precipitar 16 horas.

-el precipitado se recupera mediante filtración.

-lavado con agua destilada a una temperatura de 20°C.

-el producto resultante se deseca en una estufa de convección natural durante 48 horas a 105 °C.

Ejemplo 2: Extracción de almidón a partir de productos de la industria horchatera.

Esta realización particular comprende los siguientes pasos:

-prensado manual del subproducto procedente de la elaboración de la horchata de chufa, proceso de elaboración que ya ha llevado a cabo una hidratación y triturado de la chufa.

-filtrado con un filtro de papel de celulosa, con una retención de partículas de 12 µm.

-mezclado en un recipiente de acero inoxidable con una proporción de metabisulfito de potasio de 2 g/L durante 8 minutos hasta alcanzar un pH de 8. Posteriormente, la mezcla resultante fue homogeneizada por agitación durante 6 horas, a una velocidad de 250 rpm.

-mezclado del producto con nitrato de sodio, hasta alcanzar un pH de 8,2 y agitado durante 10 minutos, a una velocidad de 250 rpm. El producto resultante se dejó precipitar 16 horas.

-recuperación del precipitado mediante filtración.

-lavado con agua destilada a una temperatura de 20°C.

-el producto resultante se deseca en una estufa de convección natural durante 48 horas a 105 °C.

Ejemplo 3: Método de preparación del material bioplástico a partir de almidón de chufa o de subproducto de chufa.

En esta realización particular, se emplea una concentración del 66% de almidón de chufa y del 33% de plastificante para fabricar un bioplástico. El plastificante empleado es glicerina.

ES 2 437 543 A1

Ambos componentes se mezclan en condiciones adiabáticas, en un equipo de acero inoxidable con agitación y control de temperatura, comenzando la operación a 18°C. El tiempo de mezclado es de 15 minutos a una velocidad de 180 rpm, tras lo cual se obtiene una masa totalmente homogénea. Posteriormente, la masa es retirada del dispositivo de mezclado y se deja enfriar hasta temperatura ambiente.

- 5 La etapa de moldeo y compresión se realiza, en esta realización particular, en una prensa de platos calientes con control de temperatura. Se emplean moldes de acero inoxidable recubiertos por láminas de aluminio. Todas las preparaciones se llevan a cabo con un tiempo de moldeo de 10 minutos.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Método para la obtención de almidón a partir de la chufa o un subproducto de la chufa que comprende las siguientes etapas:
- a) hidratación de la chufa con agua destilada a una temperatura de entre 4 °C y 40°C,
 - b) triturado de la chufa hidratada,
 - c) prensado del producto resultante en el paso anterior,
 - 10 • d) filtrado de las fases líquida y sólida resultantes del paso anterior mediante un filtro con un nivel de retención de partículas comprendido entre 5 µm y 25 µm,
 - e) mezclado de la fase líquida resultante del paso anterior con un agente blanqueador de concentración comprendida entre 0,5 g/l y 15 g/l mediante su agitación a una velocidad de entre 5 y 750 revoluciones por minuto,
 - 15 • f) mezclado del producto obtenido en el paso anterior con un agente precipitante, a una velocidad de entre 5 y 750 revoluciones por minuto,
 - g) recogida del precipitado por medio de filtros con un tamaño de poro de entre 1 µm y 12 µm,
 - h) lavado en agua destilada a una temperatura entre 4°C y 40°C,
 - i) secado del producto en una estufa a una temperatura entre 5°C y 200°C.
- 20 caracterizado porque en la etapa e) se alcanza un pH básico que se mantiene a lo largo del resto del procedimiento.
- 2.- Método según la reivindicación 1 caracterizado porque el pH que se alcanza en la etapa e) de la reivindicación 1 y que se mantiene a lo largo del resto del procedimiento tiene un valor comprendido entre 8 y 9.
- 25 3.- Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el agente blanqueador de la etapa e) de la reivindicación 1 es uno de los siguientes elementos: dióxido de titanio, dióxido de azufre, sulfito sódico, sulfito ácido de sodio, metasulfito sódico, metabisulfito potásico o sulfito cálcico.
- 30 4.- Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el agente precipitante de la etapa f) de la reivindicación 1 es una sal básica.
- 5.- Método según la reivindicación anterior caracterizado porque la sal básica es una de las siguientes: cloruro de calcio, carbonato de hierro, sulfato de aluminio, sulfato de amonio, sulfato de cobre, nitrato de magnesio o nitrato de amonio.
- 35 6.- Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque los mezclados de las etapas e), f), o ambas de la reivindicación 1 se realizan en depósitos de acero inoxidable.
- 7.- Método para la fabricación de bioplásticos a partir de un almidón obtenido según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque además comprende las siguientes etapas:
- 40 • mezclado del almidón obtenido con un plastificante mediante un dispositivo de mezclado discontinuo a una velocidad de entre 2rpm y 1000rpm y a una temperatura de entre 10°C y 200°C,
 - moldeo y compresión del producto obtenido en el paso anterior, a una presión menor que 500 bares y a una temperatura comprendida entre 10°C y 200°C.
- 45 8.- Método según la reivindicación anterior caracterizado porque el plastificante es uno de entre el grupo siguiente: agua, glicerina, sorbitol, glicerol, propilenglicol, sucrosa, polietilenglicol, ácidos grasos y monoglicéridos y una mezcla de los mismos.



- ②① N.º solicitud: 201230883
 ②② Fecha de presentación de la solicitud: 07.06.2012
 ③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **C08B30/04** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	WISCHMANN, T. et al. Testing properties of potato starch from different scales of isolation-A ring test. Journal of Food Engineering, 2007, vol. 79, pág. 970-978. Pág. 971, Materials and methods – pag. 972, Starch isolation procedures.	1-6
A	US 3948677 A (HUSTER et al.) 06.04.1976, columnas 4-5.	1-6
A	ES 2364831 A1 (ASOCIACION DE INVESTIGACIÓN DE MATERIALES PLÁSTICOS Y CONEXAS) 18.02.2010, columna 3, líneas 4-37; reivindicación 3.	7-8

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:

<p>Fecha de realización del informe 17.12.2013</p>	<p>Examinador J. López Nieto</p>	<p>Página 1/4</p>
---	---	------------------------------

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

C08B

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

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 17.12.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-8	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-8	SI
	Reivindicaciones	NO

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	WISCHMANN, T. et al. Testing properties of potato starch from different scales of isolation-A ring test. Journal of Food Engineering, 2007, vol.79, pág. 970-978. Pág. 971, Materials and methods – pag. 972, Starch isolation procedures.	
D02	US 3948677 A (HUSTER et al.)	06.04.1976
D03	ES 2364831 A1 (ASOCIACION DE INVESTIGACIÓN DE MATERIALES PLÁSTICOS Y CONEXAS)	18.02.2010

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 método para obtener almidón a partir de chufa o un subproducto de la chufa que comprende las siguientes etapas:

- A) Hidratación de la chufa en agua destilada a una temperatura de entre 4°C y 40°C,
- B) Triturado de la chufa hidratada,
- C) Prensado del producto anterior,
- D) Filtración de las fases líquida y sólida resultantes del paso anterior mediante un filtro con un nivel de retención de partículas comprendido entre 5µm y 25µm.
- E) Mezclado de la fase líquida anterior con un agente de blanqueo de concentración comprendida entre 0,5g/l y 15g/l mediante agitación, a una velocidad de entre 5 y 750 rpm,
- F) Mezclado del producto obtenido en el paso anterior con un agente precipitante, a una velocidad de entre 5 y 750 rpm,
- G) Recogida del precipitado mediante filtros con un tamaño de poro de entre 1µm y 12µm
- H) Lavado con agua destilada a una temperatura de entre 4°C y 40°C,
- I) Secado del producto en una estufa a una temperatura entre 5°C y 200°C.

El método se caracteriza porque en la etapa E) se alcanza un pH básico que se mantiene a lo largo del resto del procedimiento (Reivindicaciones 1-6)

El método puede tener además las siguientes etapas:

- Mezclado del almidón obtenido con un plastificante mediante mezclado discontinuo con velocidad de entre 2rpm y 1000rpm y a una temperatura de entre 10°C y 200°C,
- Moldeo y compresión del producto obtenido a una presión menor de 500bares y a una temperatura comprendida entre 10°C y 200°C. (Reivindicaciones 7-8)

El documento D01 da a conocer diferentes procedimientos para aislar almidón de patata. Los cinco procedimientos divulgados tienen en común el lavado y maceración de la patata, a continuación se separa el almidón de los desechos mediante procesos de tamizado, filtración o sedimentación (pág.971, Materials and methods-pag.972, Starch isolation procedures)

El documento D02 se refiere a un procedimiento para recuperar almidón de tubérculos en el cual los tubérculos son triturados, a continuación mediante una serie de lavados y centrifugaciones sucesivas se obtiene un extracto seco que contiene almidón (col.4-5)

El documento D03 divulga un procedimiento para obtener almidón termoplástico que consiste en mezclar y homogeneizar el almidón con un plastificante a una velocidad de rotación de entre 100rpm y 750rpm a una temperatura entre 20°C y 80°C, a continuación se seca la mezcla, se enfría y se hace pasar por un extrusor (col.3, lín.4-37) El plastificante puede ser: glicerol, sorbitol, polietilenglicol, etc. (reivindicación 3).

Los documentos D01-D03 forman parte del estado de la técnica próximo a la invención, sin embargo, ninguno de ellos tomados solos o en combinación, revelan la invención definida en las reivindicaciones 1-8. Además, en los documentos citados no hay sugerencias que dirijan al experto en la materia hacia la invención definida por las reivindicaciones 1-8. Por lo tanto, el objeto de estas reivindicaciones cumple los requisitos de novedad y actividad inventiva de acuerdo con los Art. 6.1 y 8.1 de la Ley de Patentes 11/86.