

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 537 907**

21 Número de solicitud: 201301184

51 Int. Cl.:

C08B 37/06 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

11.12.2013

43 Fecha de publicación de la solicitud:

15.06.2015

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD MIGUEL HERNÁNDEZ DE ELCHE
(100.0%)**

**Avda. de la Universidad s/n Edif. Rectorado y
Consejo Social
03202 Elche (Alicante) ES**

72 Inventor/es:

**IGNATIEVA, Galina;
SAURA LÓPEZ, Domingo;
MARTÍ BRUÑÁ, Nuria;
MICOL MOLINA, Vicente;
VEGARA GÓMEZ, Salud;
BARRAJÓN CATALÁN, Enrique;
VALERO ROCHE, Manuel;
MENA PARREÑO, Pedro;
MARTÍNEZ FONT, Rafael;
BERENGUER MARTÍNEZ, María De Los Remedios
y
MOLINER GOSALBEZ, Miguel**

54 Título: **Método de fabricación de pectina acromática normalizada**

57 Resumen:

La presente invención concierne al método de fabricación de pectina acromática en el rango de 250-380 nm y 400-700 nm, con un grado de esterificación de 12-81% y con valores de conductividad del agua de lavado de 300-450 $\mu\text{S/cm}$.

La materia prima se trata con una solución de peróxido de hidrogeno y con una solución de ácido mineral en condiciones suaves y medias. De esta forma logramos la decoloración y modificación química de los componentes de la pared vegetal de la materia prima. Mediante la combinación de procesos químicos de oxidación e hidrólisis se consigue obtener una pectina con un elevado grado de pureza sin la necesidad de una etapa de purificación por coagulación alcohólica.

ES 2 537 907 A1

DESCRIPCIÓN

Método de fabricación de pectina acromática normalizada.

5 Sector de la técnica

El campo de la presente invención está relacionado con la industria de productos alimenticios, en especial con la transformación de desechos de materia prima vegetal. En particular se trata de la transformación de desechos de fabricación de azúcar de remolacha, de producción de zumos (cítricos, etc.) con el fin de obtener pectina acromática modificada.

Estado de la técnica anterior a la invención

Se ha demostrado en múltiples estudios que las pectinas pueden ejercer una influencia positiva en los procesos metabólicos del organismo humano. Por ejemplo, muestras de pectinas modificadas han demostrado inhibición en el crecimiento de células cancerígenas. Además se utilizan en la industria de conservas, confitería, lácteos, al igual que en la producción de concentrados alimenticios, medicamentos, cosméticos y profilácticos. Dado el amplio espectro de su uso resulta necesario perfeccionar constantemente la tecnología de obtención de pectina (Marshall L. Fishman *et al* "Chemistry and function of pectins" American Chemical Society. - Washington (1986); A. Imeson "Thickening and gelling agents for food" Blackie Academic and Professional, an imprint of Chapman and Hall. - London (1992); Reginald H. Walter "The chemistry and technology of pectin" Food science and technology series. - San Diego, California (1991); W. Pilnik *et al.* "Gelling agents (pectin) from plants for the food industry" on Adv. in Plant Cell Biochemistry Biotechnology J.: p.232-241 (1992); C.D. May "Industrial pectin sources, production and applications" Carbohydrate Polymers. J. 12: p.79; Pienta *et al.* "Inhibition of spontaneous metastasis in a rat prostate cancer model by oral administration of modified citrus pectin" J. Natl. cancer inst. 87:348-353(1995); Inohara *et al.* "Effects of natural complex carbohydrate (citrus pectin) on murine melanoma cell properties related to galectin-3 function" Glycoconjugate J. 11: 527-532 (1994); "Modified pectins, compositions and methods related thereto" WO 2005/095463). Precisamente, contando con las exigencias de las áreas de uso de pectina y la ampliación de las esferas de su uso es necesario mejorar la calidad de pectina así como elevar el rendimiento de su fabricación. Para ello en el proceso de fabricación de pectina se deben prevenir las reacciones secundarias y reacciones de doble descomposición. Otro aspecto importante a tener en cuenta es la disminución de la velocidad de despolimerización de la pectina tanto durante extracción como durante la modificación del grado de esterificación.

Tradicionalmente las pectinas se obtienen de los desechos de la fabricación de zumos y de azúcar de remolacha tal como se describe la patente de Rusia Nº 2235478 C1 (10.09.2004, Nº 25). Así mismo se conocen métodos de obtención de pectina controlando el grado esterificación (F.Bosak en "Postep w technologii proclukcji pektyny wysoko - i niskometylowanej"/Przemy st Fermentacyjny i Owacowo-Warzywny.- Polonia. - 1982.- 6.- p.17-21.).

Se conoce, por ejemplo, el método de obtención de pectina con un alto grado de esterificación de bagazos frutales por medio de su hidrólisis con ácido clorhídrico.

Este método supone acidificación de los bagazos hasta pH 1,0; y la maceración de los bagazos acidificados durante 10 horas. A este macerado se le agrega agua y el extracto de pectina se purifica mediante columna iónica o con ayuda de tierra de diatomeas. Posteriormente se induce la coagulación de la pectina mediante diversas metodologías como la precipitación con cloruro de aluminio, añadiendo carbonato sodio o por medio de alcohol etílico o iso-propílico. El coagulo de pectina obtenido se seca mediante prensado, se tritura y estandariza hasta 150° SAG USA.

El principal problema de este método reside en la etapa de hidrólisis y extracción a pH 1,0 durante 10 horas o más. Estas condiciones de maceración inducen una hidrólisis fuerte de la materia prima vegetal, con la consecuente destrucción de las pectinas reduciendo de esta manera su peso molecular, lo que conduce a bajar su poder gelificante. Asimismo, durante este proceso de hidrólisis se produce la formación de impurezas y disminución de la concentración de pectina en el extracto; lo que exige una etapa final de refinado. Esta etapa final de purificación incrementa el consumo de agua y se pierde eficacia en la productividad.

Por otro lado, la existencia de múltiples cargas en la pectina y la presencia de una gran cantidad de impurezas producen la obstrucción de los filtros iónicos y una disminución en su capacidad de permutar iones. Por lo cual se hace necesaria la pre-purificación del concentrado mediante la separación de los iones del ácido mineral en un equipo especial. Otro defecto de este método es la imposibilidad de obtener pectina con todo el espectro del grado de esterificación (alta y baja esterificación), y en todo el espectro de velocidad y la temperatura de gelificación.

Otro inconveniente del método mencionado en este apartado es la imposibilidad de obtener pectina acromática entre 400-700 nm por la presencia entre sus moléculas de zonas muy activas, capaces de reaccionar y que se oxidan durante su almacenamiento. Para obtener pectina con un bajo grado de esterificación se ha proceder a un segundo proceso de tratamiento. Tampoco es posible utilizar la fracción sólida posterior a la hidrólisis como fibra alimentaria sin incluir una etapa de depuración complementaria del ácido mineral, además de un cambio de pH hasta 3,0.

También se conoce un método para la obtención de pectina con bajo grado de esterificación. El método supone la saponificación del extracto condensado de pectina, del coagulo de pectina o de la pectina final altamente esterificada con una disolución de amoniaco o amoniaco gaseoso en medio acuoso o alcohólico. La muestra obtenida se neutraliza con una disolución de ácido clorhídrico en alcohol. A continuación se eliminan los iones de cloro de la muestra, se prensa, se seca y se tritura. Como defectos de este método se pueden citar la necesidad de aplicar reactivos fácilmente volátiles que complican el equipo tecnológico y empeoran la ecología de la producción. También la introducción en el proceso de una etapa de depuración de los iones amonio y cloro, que ensucian el coagulo de pectina y el aumento de consumo de alcohol en 1,5-2,0 veces. Este proceso tiene además limitadas posibilidades de mejorar las capacidades gelatinizantes y emulsionantes de pectina (F. Bosak i in. "Postep w technologii proclukcji pektyny wysoko - i niskometylowanej"/Przemy st Fermentacyjny i Owacowo-Warzywny.- Polonia.- e-1982.- 6.- p.17-21.).

El siguiente método de fabricación (patente rusa N° 2235478 C1-10.09.2004.-N° 25) de concentrado de pectina a partir de pulpa de remolacha fresca, supone la humidificación de la pulpa con vapor vivo a una temperatura entre 125-130°C durante 15-20 minutos; la

5 hidrólisis de la pulpa con una disolución del 2,0-2,5% de peróxido hidrogeno durante 15-20 minutos; la posterior separación de la fracción sólida. La fracción sólida se solubiliza con agua a un pH 5,5-6,0 a una temperatura 70-75°C. Las fracciones de alto y bajo peso molecular se purifican mediante ultrafiltración (o mediante diafiltración). Las fracciones
10 obtenidas se concentran por evaporación a vacío para la obtención de los concentrados de pectina. Como defectos de este método podemos indicar la imposibilidad de obtener pectina con propiedades previamente determinadas.

10 Mediante esta metodología no es posible conseguir una pectina modificada sin impurezas (acromática a 400-700 nm), con un grado de esterificación deseado, con una temperatura y velocidad de gelificación deseadas, con poder gelificante mayor de 150° SAG ni con alta capacidad emulsionante. Tampoco es posible obtener extractos con alta concentración de pectina y baja concentración (o ausencia) de sustancias secundarias dentro de la etapa de extracción. Y por último, es imposible elevar el rendimiento de
15 fabricación incluso en la etapa de evaporación en vacío.

20 Sería por tanto deseable obtener una pectina comercialmente viable que permitiera evitar los problemas que presentan los anteriores procesos descritos. Para ello la presente invención se centra en la utilización de un proceso con empleo de peróxido de hidrógeno y un adecuado control de las diferentes etapas, que permite ajustar de forma precisa el grado de esterificación y las velocidades y tiempos de gelificación, manteniendo un poder de gelificación superior a los 150° SAG. Asimismo, la presente invención permite la obtención de pectina de las mismas características sin la utilización de alcoholes en la etapa de purificación, tal y como se describe a continuación.

25 **Descripción detallada de la invención**

30 La presente invención describe el método de fabricación de pectina acromática modificada. Además la presente invención describe el proceso de obtención de una pectina normalizada con propiedades previamente elegidas. Así mismo describe el procedimiento de obtención de fibras alimentarias.

Ventaja técnica que aporta la invención

35 Brevemente, la ventaja técnica que aporta la invención consiste en el desarrollo de un proceso en el que la pectina se obtiene combinando el tratamiento de la materia prima con peróxido de hidrogeno y con una disolución de ácido mineral, uniendo en un solo proceso químico la hidrólisis de la protopectina, la extracción y la modificación de la pectina. Se obtiene sin añadir ninguna fase adicional de purificación, con la consiguiente
40 reducción del ciclo tecnológico global, y también del tiempo.

45 En la presente invención se describe la calidad de la pectina acromática modificada obtenida, que se empleará a su vez como materia prima para la obtención de la pectina estandarizada. Esta pectina es válida para su consumo en la industria de conservas, de confitería, láctea, al igual que en la producción de concentrados alimenticios, medicamentos, remedios médicos y profilácticos.

50 La calidad de la pectina depende de las posibles reacciones laterales y de doble descomposición que se pueden producir durante su producción. En la pectina también pueden producirse reacciones de oxidación tanto durante el proceso de producción como

durante el almacenamiento. La presente invención evita estos problemas de la producción de pectina.

5 Se puede obtener pectina acromática mediante otros procesos, pero que presentan un mayor coste que el planteado en la presente invención debido a la necesidad de implementar costosos sistemas de purificación. El presente invento describe un método de fabricación de pectina acromática mediante la combinación de un proceso de quimioabsorción y tratamiento químico de la materia prima en condiciones suaves y medias.

10 El objetivo técnico del invento es la obtención de pectina acromática en el rango del visible, en las fases sólida, líquida (disuelta), gelatinosa y emulsionada; y sin absorción en el ultravioleta a 250-380 nm, así como la obtención de pectina modificada con el grado de esterificación deseado regulable de 12-81%; es decir la obtención de pectina de alta y
15 baja esterificación; con un alto poder de gelificación, es decir de alto peso molecular y con alta estabilidad en emulsión.

Descripción del proceso

20 A lo largo de la presente invención se utilizarán los siguientes símbolos para referenciar las siguientes magnitudes:

- q - relación de masas

25 - C - concentración (°Brix),

- χ - dureza del agua (°dF)

30 - λ - conductividad ($\mu\text{s}/\text{cm}$)

- C_p - concentración de pectina (%)

- W - humedad (%)

35 - P - presión (bar)

- T - temperatura (°C)

- t - tiempo (min)

40 - DE - grado de esterificación (%)

- PM - peso molecular (urna, D, kD)

45 - η - viscosidad absoluta (cP)

- R - tamaño de partícula (mm)

- γ_v - volumen específico (m^3/ton).

50

La modificación técnica que se propone para solucionar los problemas planteados anteriormente consiste en el siguiente proceso:

5 La materia prima vegetal cítrica (o de otra procedencia), se tritura y se selecciona quitando aquellas partes pobres en pectina y con capacidad de hinchamiento reducida. La materia prima seleccionada se desmenuza hasta alcanzar el volumen específico de 1,44-2,20 m³/ton (en la tabla 3 se ilustra la importancia de ésta etapa), y se humidifica con agua sin ningún tratamiento previo especial. Una vez humidificada la muestra se lava a temperatura ambiente con agua con una conductividad de 300-450 µs/cm y con un pH 10 3,38-5,61 hasta que la dureza de las aguas de reciclaje alcance los 1,0-2,7°dF. En los siguientes pasos se realizan la quimioabsorción, la decoloración, la modificación de la protopectina y de los componentes de la pared vegetal, pudiéndose producir o no simultáneamente la hidrólisis parcial de la protopectina.

15 Tabla 3. Resultados del efecto de aglomerar la cáscara de cítricos hasta un volumen específico 1,85-2,40 m³/ton en la productividad de pectina. Humedad de la materia prima es 8-13%.

Nº	Materia prima, kg	Diámetro de partícula de la materia prima, R, mm	Concentración de las membranas pobres de pectina y con capacidad de hinchamiento reducida, %	Volumen específico de la materia prima, m ³ /ton	Concentración (nº veces)	Productividad de la pectina, %
1	100	2,5-4,5	2	2,08	1,96veces	30-39
2	100	2,5-6,5	5	2,56	1,90veces	28-35
20 3	100	>4,0, hasta7,0	50	3,30	sin conc.	12-20

Estos pasos se llevan a cabo a temperatura ambiente con una disolución de peróxido de hidrogeno (3,0-3,5%; C1) a un pH 3,6 (3,6-6,2; δpH1) durante 10-20 min (t1), con una relación de fases de 1,5-2,7 (masa de líquido reaccionante/masa de corteza cítrica o de 25 otra materia prima procedente del paso anterior; q1) hasta alcanzar como máximo una concentración de pectina soluble de 0,19% (Cp). Posteriormente se ejecutan la hidrólisis y modificación de la pectina al mismo tiempo. La muestra se incuba durante 60-120 (t2) min a pH entre 2,7-3,5 y a una temperatura de 70-80°C (T2), con una relación de fases de 4,0-6,0 (q2), hasta que el porcentaje de pectina soluble modificada llega a 0,8-1,0% (Cpm), con una masa molecular PM ≥ 45000 - 108000 uma. En este punto la suma total de sustancias solubles alcanzan los 1,0-1,1°Brix y una viscosidad η = 8-15 cP. 30

La obtención de pectina modificada con relación al grado de esterificación se regula en función de las variables del proceso f(δpH1, pH2, t1, t2, C1, T2). A continuación el 35 extracto se concentra de 5-9 veces, si consideramos la concentración de pectina soluble, o de 5,6-13,0 veces si consideramos el volumen de extracto.

En la etapa final de obtención de la pectina el. procedimiento de la presente invención, permite someter el extracto concentrado a dos procesos alternativos: 40

(1). En el primero se extrae la pectina mediante coagulación con una mezcla de alcoholes. Posteriormente se realiza el prensado del coagulo de pectina hasta una humedad del 70%, se tritura y se seca.

(2). En este segundo proceso alternativo la pectina se homogeniza mediante la introducción al 20-70% del compuesto usado para la estandarización y de un estabilizante de pH, en la disolución coloidal concentrada de pectina. Posteriormente se verifica el secado en lecho hirviente por medio de aire inerte y con un gradiente de temperatura.

Detalladamente el proceso es el siguiente:

1°.- Selección de la materia prima, eliminándose las membranas pobres en pectina y con capacidad de hinchamiento reducida. La materia prima seleccionada.

2°.- Lavado con agua de baja conductividad (300-450 $\mu\text{s}/\text{cm}$), hasta que la dureza de las aguas de reciclaje se encuentre entre 1,0-2,7 $^{\circ}\text{dF}$.

3°.- Posteriormente la materia prima se tritura hasta volumen específico óptimo; la materia prima con una humedad $W = 80-87\%$ hasta un volumen específico de $\gamma_v = 1,44-2,20 \text{ m}^3/\text{ton}$, si la humedad fuera $W = 8-13\%$ se trituran hasta un diámetro de partícula $R = 2,5-4,5 \text{ mm}$, agrupándose en 1,7-2,0 veces hasta un volumen específico $\gamma_v = 1,85-2,40 \text{ m}^3/\text{ton}$.

4°.- Tratamiento con agua durante $t = 10\text{min}$, utilizando para ello un tornillo sinfín, alimentando el agua y la corteza o bagazo contracorriente, con una relación de fases de $q = 1,5-2,0$, hasta que: la suma total de sustancias solubles sea $C = 0,5-1,6^{\circ}\text{Brix}$; la dureza de las aguas de reciclaje $\chi = 20,1-3,0^{\circ}\text{dF}$; la conductividad $\lambda = 3540-1260 \mu\text{s}/\text{cm}$; $\text{pH} = 3,30-5,23$ y la concentración pectina hidratada $C_p = 0,08-0,40\%$. Los parámetros de los bagazos obtenidos se encuentran entre los rangos siguientes $W = 82,1-89,2\%$, $\gamma_v = 0,94-2,22 \text{ m}^3/\text{ton}$.

5°.- Posteriormente se procede al tratamiento de los bagazos con agua de 300-450 $\mu\text{s}/\text{cm}$ a temperatura ambiente, a un $\text{pH} = 3,38-5,61$ durante $t = 15-20 \text{ min}$ a una relación $q = 1,5-2,0$ hasta que se cumplan los siguientes parámetros: $C = 0,15-0,40^{\circ}\text{Brix}$, $\chi = 1,0-2,7^{\circ}\text{dF}$, $\lambda = 353-572 \mu\text{s}/\text{cm}$, $C_p = 0-0,17 \%$. Los parámetros de los bagazos obtenidos se encuentran entre los rangos siguientes $W = 86,3-92,0\%$ y $\gamma_v = 0,99-1,64 \text{ m}^3/\text{ton}$.

6°.- El tratamiento de los bagazos con peróxido de hidrogeno a una concentración de $C_1 = 3,0-3,5\%$ a $\delta\text{pH}_1 = 3,6-6,2$, a temperatura ambiente ($T_1 = 18-30^{\circ}\text{C}$) durante $t_1 = 10-20 \text{ min}$, $q_1 = 1,5-2,7$ hasta $\text{pH} = 3,83-5,37$; $C_p = 0-0,19\%$; $C = 0,19-0,79^{\circ}\text{Brix}$, $\lambda \leq 1025 \mu\text{s}/\text{cm}$. En esta etapa para:

(a) modificar la pectina las condiciones son: disminución del pH $\delta\text{pH}_{1m} = 3,85-6,20$, con un tiempo de tratamiento de $t_{1m} = 8-15 \text{ min}$. Para

(b) la hidrólisis de la pectina las condiciones son: disminución del pH $\delta\text{pH}_{1h} = 3,79-4,52$, con un tiempo de tratamiento de $t_{1h} = 0-12\text{min}$.

7°.- A continuación se procede a la separación de los bagazos con $W = 90-92\%$ y $\gamma_v = 1,0-1,5 \text{ m}^3/\text{ton}$.

8°.- Se realiza el tratamiento con el ácido mineral durante $t_2 = 60-120 \text{ min}$, $\text{pH}_2 = 2,78-3,5$, $T_2 = 70-80^{\circ}\text{C}$, $q_2 = 4,0-6,0$ hasta la obtención del extracto con $C_{pm} = 0,8-1,0\%$ en el medio soluble, $C = 1,0-1,1^{\circ}\text{Brix}$ y la viscosidad $\eta = 8-15 \text{ cP}$.

9°.- Posteriormente la suspensión se enfría desde 35 a 39°C y se lleva a cabo la separación de la fibra alimentaria húmeda del extracto mediante decantación vertical hasta que su concentración es de 7-9% y mediante centrifugación horizontal hasta una concentración de la suspensión menor de 0,02%. Al final obtenemos un extracto de pectina modificada con Cpm = 0,8-1,0% y un valor de pH = 2,70-3,53, y una fibra alimentaria con W = 92,7-95,8% y $\gamma_v = 0,8-1,2 \text{ m}^3/\text{ton}$.

10°.-El extracto de pectina modificada obtenido se concentra en el equipo de evaporación a vacío a T = 50-55°C hasta Cpm = 4,0-8,0% y la suma total de sustancias solubles C = 4,8-9,0°Brix, con una disminución del volumen de 5,6-13,0 veces, incrementándose la concentración de la pectina modificada 5-9 veces.

11°.- En la etapa final de obtención de la pectina el procedimiento de la presente invención permite someter el extracto concentrado a dos procesos alternativos.

(1) En el primero se purifica la pectina mediante coagulación con una mezcla de alcoholes C₂H₆O/C₃H₈O (etanol/isopropanol, aunque pueden ser otros alcoholes monohidroxilados), en una proporción 1/1. Se realiza un lavado con una pequeña cantidad de alcohol. Posteriormente se realiza el prensado del coagulo de pectina hasta una humedad del 70%. Se tritura y se seca. Como producto final se obtiene pectina modificada seca W = 10-12% con un grado esterificación 12-81% y un rendimiento del 20-39% en materia seca.

(2) En un segundo proceso alternativo la pectina se homogeniza mediante la introducción en la disolución coloidal concentrada de pectina (4,0-8,0% de pectina soluble o 4,8-9,0°Brix) un 20-70% del compuesto usado para la estandarización y de un estabilizante de pH. La disolución coloidal se seca mediante lecho hirviendo por medio de aire inerte y con un gradiente de temperatura 130-80°C, a una presión P = 0,5-0,9 bar; ajustando las presiones de vapor a P₁ = 5,8-10,5 bar y P₂ = 4,0-5,4 bar.

12°.- Las fibras alimentarias (W = 92-96%) obtenidas del proceso se deshidratan con la mezcla de alcohol usada anteriormente (70-60%). Esta mezcla parcialmente deshidratada se filtra, se prensa, se tritura y seca.

La obtención de pectina modificada hasta un grado de esterificación dado se regula como función de las variables del procesos (f[δ pH₁, pH₂, t₁, t₂, C₁, T₂]).

Características de la pectina obtenida

La pectina modificada y acromática obtenida tiene un color triestímulo L = 49,70-53,00, a = -(-0,07)-(-0,80), b = (+0,05)-(+0,20), correspondiente a un blanco marfil (el espectro de absorción de esta pectina puede apreciarse en la figura 2, acompañado para su comparación con el de una pectina purificada comercial en la figura 3), sin olor, sin flavonoides, sin sustancias susceptibles de ser oxidadas durante el almacenamiento, sin absorbancia a 250-380 nm. Con un peso molecular medio de 45-108 KD, con un grado de esterificación de 12 a 81%, con un rendimiento del 20-39% como materia seca con una capacidad de gelificación de 200 hasta 250° SAG, con un contenido de ácido monogalacturónico superior al 65%. La emulsión es estable cuando se centrifuga desde 4000 a 8000 rpm durante 20 minutos. Asimismo se obtienen pectinas estandarizadas y homogenizadas con capacidad gelificante de 150° SAG.

También se obtienen fibras alimentarias de color marfil claro, sin sabor, sin olor, y con una capacidad de absorción de 10-12 g/g, a una W = 10-13%.

Ventajas técnicas que se obtienen

5

A continuación se enumeran las ventajas técnicas alcanzadas mediante la presente invención:

10

- Reunimos en un solo proceso químico la hidrólisis de la protopectina, extracción y la modificación de pectina

15

- Este procedimiento permite la prevención de reacciones laterales y reacciones de doble descomposición, de destrucción por oxidación en la molécula de pectina, que se producen durante el almacenamiento.

20

- Este procedimiento permite el aumento de la regularidad en la estructura de la pectina; disminución de la velocidad de despolimerización; elevación de la calidad del producto después de la concentración por evaporación a vacío.

25

- Este procedimiento permite la concentración desde Cpm = 0,8-1,0 y C = 1,0-1,1°Brix hasta 4,0-8,0% y C = 4,8-9,0°Brix, disminuyendo el volumen desde 5,6-13,0 veces; y elevar la concentración de la pectina hidratada modificada de 5-9 veces. La pectina modificada, así obtenida es acromática a 400-700 nm, y sin absorbancia a 250-380 nm.

30

-Se consigue la simplificación del proceso de extracción de la pectina modificada, y también se consigue la reducción del tiempo de purificación, decoloración y de modificación de la pectina. Suponiendo en general una reducción del tiempo del proceso.

35

- Mediante la presente invención se consigue una elevación de la capacidad gelatinizante desde 150° SAG USA hasta 200-230°, y más hasta 250° SAG USA.

40

- Este procedimiento permite la elevación de la capacidad emulsionante, consiguiendo el incremento en la estabilidad de la emulsión centrifugación 20 min a 4000-8000 rpm.

45

- Este procedimiento permite la elevación del rendimiento por hora de pectina acromática modificada en el 1,7-2,0 veces.

- Este procedimiento permite el incremento del 20-39% en materia seca de la productividad en la fabricación de pectina acromática modificada, siendo acromática en las fases sólida, disuelta, gelatinosa y emulsionada.

50

- Este procedimiento permite la simplificación del proceso de fabricación de pectina modificada y estandarizada y la obtención de fibra con propiedades útiles para su uso en la industria alimentaria.

- Con la utilización de este procedimiento no es necesario el refinado del extracto de pectina por diafiltración o por adsorción.

- Este procedimiento permite la reducción del consumo de energía eléctrica en la etapa de secado y trituración de la pectina modificada y estandarizada, y de las fibras alimentarias.

5 - Este procedimiento permite la elevación del peso molecular promedio desde 5000-40000 D hasta 45000-108000 D.

- Este procedimiento permite la obtención de pectina modificada con el grado de esterificación deseado (desde el 12% al 81%).

10 - Este procedimiento permite la obtención de pectina estandarizada y modificada con una temperatura de gelificación desde 25°C.

15 - Este procedimiento tiene un rendimiento final en pectina en polvo acromática y modulada en el grado de esterificación del 86-90%.

- Obtener fibras alimentarias validas para su consumo.

20 - Debido al tratamiento de la materia prima con peroxido de hidrogeno (3,0-3,5% y pH = 3,6-6,2) se logra reducir la temperatura de tratamiento hasta temperatura ambiente (menos de 30°C).

25 - Mediante el tratamiento de la materia prima con peróxido de hidrogeno en combinación con el tratamiento ácido en condiciones suaves y medias (pH = 2,78-3,5 y t = 60-120min) se logra la regulación del grado de esterificación de la pectina resultante.

- También se consigue la introducción del compuesto de estandarización y del estabilizante de pH en la disolución coloidal del concentrado de pectina modificada.

30 - Y por último se logra el secado de la disolución coloidal de concentrado de pectina en condiciones suaves y medias, en lecho hirviente por medio de aire inerte y con un gradiente de temperatura de 130-80°C, y con presiones de P = 0,5-0,9 bar; siendo las presiones de vapor P1 = 5,8-1 0,5 bar y P2 = 4,0-5,4 bar, sin necesidad de utilizar alcohol en un proceso previo de purificación.

35

Breve descripción de las figuras

Figura 1.- Esquema del método de preparación de pectina acromática, modificada y estandarizada, y de la fibra alimentaria. Explicación de los símbolos del esquema:

40

MP - Materia Prima

TyC - Trituración, concentración 1,7-2,0 veces, $\gamma_v = 1,44-2,40 \text{ m}^3/\text{ton}$

45

L - Lavado

H₂O - Agua de lavado

H₂O - 2 - Agua, $\lambda = 300-450 \text{ } \mu\text{s}/\text{cm}$, temperatura ambiente

50

E - Evacuación

L-2- Lavado pH = 3,38-5,61

E-2 - Evacuación $\chi = 1,0-2,7^{\circ}\text{dF}$

5 Ac - Ácido mineral, C = 0,02%

H₂O₂-H₂O₂, C = 3,0-3,5%

10 QA - Quimiabsorción Decoloración Modificación $\delta\text{pH1} = 3,6\leftarrow 6,2$, T₁ = 18-30°C, t₁ = 10-20 min, q₁ = 1,5-2,7

S - Separación pH = 3,83-5,37, C_p ≤ 0,19%

15 H - Hidrólisis Modificación Extracción t = 60-120 min, pH2 = 2,7-3,5, T2 = 70-80°C, q2 = 4,0-6,0

Ef - Enfriamiento

20 S-2 - Separación C_{pm} = 0,8-1,0%, C = 1,0-1,1°Brix, $\eta = 8-15$ cst

S-3 - Separación PM = 45-108KD

C-1 - Compuesto 20-70%

25 Conc - Concentración 5-9/5,6-13,0 veces C_{pm} = 4,0-8,0%, C = 4,8-9,0°Brix

Alc - Alcoholes, C₂H₆O/C₃H₈O = 1/1

30 C,DyP - Coagulación, deshidratación y prensado, W ≤ 70%

T - Trituración

Sc-1 - Secado

35 Sc-2 - Secado, T = 130-80°C, P = 0,5-0,9 bar, medio de aire inerte

PE - Pectina estandarizada

PM - Pectina modificada

40 D,P,TyS - Deshidratación, prensado, trituración y secado

F - Fibra.

45 Figura 2.- Espectro UV de la pectina acromática modificada. Se puede comprobar el efecto del método de preparación de pectina acromática en la calidad final (la muestra no tiene glucósidos flavonoides, ni sustancias susceptibles de oxidación durante el almacenamiento, y tampoco absorbancia a 250-380 nm).

Figura 3.- Espectro UV del ácido di-galacturónico (SIGMA-ALDRICH-2005, $C_{12}H_{18}O_{13}$ $\geq 85\%$ por HPLC, PM = 370,26). Se muestra para la valoración comparativa de la calidad de la pectina acromática.

5 Modos de realización de la invención

La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes Ejemplos, los cuales no pretenden ser limitativos de su alcance.

10 Ejemplo 1: Preparación de la pectina acromática modificada (Tabla 1).

15 100 kg de corteza de cítricos, fresca con humedad 85,7%, se trituran hasta un volumen específico de 1,48 m³/ton. Se tratan con 175 kg agua (sin depuración especial) a temperatura ambiente, t = 10 min (q = 1,75) hasta alcanzar el C = 1,6°Brix; $\chi = 20,1^{\circ}\text{dF}$; $\lambda = 2000 \mu\text{s/cm}$; pH = 3,45; Cp = 0,09%. Se recuperan 133 kg de las cortezas con una humedad del 89,2% Y. un volumen específico de 1,0 m³/ton.

20 La corteza decantada se lava a temperatura ambiente con 233 kg de agua, con una conductividad eléctrica de 350 $\mu\text{s/cm}$ y un pH = 3,70 durante 15 min (q = 1,75) hasta el C = 0,5°Brix, la dureza de las aguas de reciclaje 2,7°dF, y conductividad de 572 $\mu\text{s/cm}$ y una concentración de pectina de 0,04%. Se recuperan 132 kg de corteza con una humedad del 89,2%, y un volumen específico de 0,99 m³/ton.

25 El proceso de quimioabsorción se lleva a cabo a temperatura ambiente con 198 Kg de peróxido de hidrogeno al 3,0% con un pH1 = 3,86-4,10. Este tratamiento se realiza durante 15 minutos, con una relación de fases de 1,5.

30 Para la modificación de la pectina se utilizan las siguientes condiciones: pH1m = 4,10 y t1m = 12 minutos; para la hidrólisis de la protopectina: pH1h = 3,86 y t1h = 3 minutos. La modificación se realiza hasta que se cumplen las siguientes condiciones: pH = 3,84; Cp = 0,02%; C = 0,19°Brix y conductividad del agua $\leq 1025 \mu\text{s/cm}$. Después se separan las cortezas tratadas que resultan con una humedad del 90,0% y un volumen específico de 1,3 m³/ton.

35 Posteriormente a la modificación, las pectinas se extraen mediante hidrólisis ácida con 463 kg de la una disolución de ácido nítrico, durante 60 minutos. De esta forma obtenemos pectina a pH2 = 2, 78; temperatura de 76 grados; relación de fases de 4,0 y un contenido en el medio dispersante de pectina soluble de 0,85% y el C = 0,93°Brix, con un grado de esterificación de 74 DE.

40 La suspensión se enfría hasta 35° C. Separamos del extracto la fibra alimentaria húmeda por decantación forzada hasta que su concentración sea del 9% en sólidos centrifugables, y posteriormente la sometemos a centrifugación hasta que la concentración de la suspensión residual sea menor de 0,02%.

45 Se obtienen 402 kg de extracto con una concentración de pectina soluble modificada de 0,85% a un pH = 2,70, con una viscosidad de 10 cP. Asimismo se obtienen 103 kg de fibra alimentaria con una humedad del 95,2% y un volumen específico de 1,1 m³/ton.

50 Posteriormente se procede a concentrar el extracto por evaporación al vacío, a temperatura de entre 50-55°C; hasta que la concentración de pectina soluble modificada

sea del 7,0% y la suma total de sustancias solubles de 7,63° Brix. Obtenemos un volumen de concentrado de 43 m³.

5 A continuación se lleva a cabo la coagulación con una mezcla de alcoholes C₂H₆O/C₃H₈O en una proporción 1/1. Después lavamos el coagulo con una pequeña cantidad de alcohol C₂H₆O. Prensamos el coagulo lavado hasta que la humedad sea del 70%. El coagulo obtenido se tritura y seca al aire y se obtienen 3,4 kg de pectina modificada en forma de un polvo seco, con humedad del 10%. El rendimiento de producción es del 3,4%, a partir de 100 kg de corteza de cítricos fresca (con humedad del 10
10 85,7%), y 21,6% a partir de la corteza de cítricos seca con humedad del 10%.

Se obtiene pectina en polvo con una pureza del 88% de pectina, esta pectina es acromática en el rango 400-700nm, con 74% de grado esterificación. Tiene color blanco, caracterizado por sus valores triestímulo L = 49,70, a = -0,07, b = +0,05. No tiene olor, sin
15 restos de glucósidos de flavonoides, sin sustancia oxidables durante el almacenamiento, sin absorbancia en el rango a 250-380 nm. Con una masa molecular media de 91,2 KD. Con una capacidad gelatinizante de 230° SAG y con un contenido de ácido galacturónico de más de 65%. Además permite obtener una emulsión estable después de someter a la misma a centrifugación a 4000-8000 rpm durante 20 minutos. Las características del
20 producto obtenido se ilustran en la tabla 1.

Tabla 1. Parámetros y resultados del método de preparación de la pectina acromática, modificada.

Parámetros variables en los 3 ensayos						
Parámetros triestímulo						
Ensayo	DE (%)	L	a	b	δpH ₁	t ₂ (min)
1	74	49,7	-0,07	0,05	4,1 a 3,86	60
2	61	49,7	-0,08	0,05	4,1 a 3,86	90
3	43	50,3	-0,10	0,08	4,1 a 3,80	120
Parámetros comunes para los 3 ensayos						
Solución del peróxido hidrogeno,%, C ₁						3,0
Temperatura, °C, T ₁						20
Modificación, pH _{1m}						4,1
Tiempo,min, t _{1m}						12
Hidrolisis, pH _{1h}						3,86
Tiempo,min, t _{1h}						3
pH ₂						2,78
Temperatura, °C, T ₂						76

Ejemplo 2: Preparación de pectina acromática estandarizada (Tabla 2)

30 A partir de 100 kg de la disolución coloidal del concentrado de pectina con Cp = 7% y C = 7,63°Brix, se introducen 5,0 kg de dextrosa para estandarización, mezcladas previamente con 10 kg de agua destilada. Se agitan y calientan a 50°C.

La disolución coloidal del concentrado de pectina con la dextrosa se seca en lecho hirviente por medio de aire inerte con un gradiente de temperatura de 130-80°C, y presiones de trabajo P = 0,8 bar; P1 = 5,8 bar y P2 = 4,0 bar.

- 5 Se obtienen de esta manera 14,7 kg de pectina estandarizada y homogeneizada a 150° SAG y con una humedad del W = 12%. El rendimiento de extracción es del 5,8%, a partir de 100 kg de corteza de cítricos fresca (con humedad 85,7%), y 40,6% de rendimiento a partir de corteza de cítricos secas. Esta pectina no tiene color en el rango 400-700 nm, ni tampoco olor. En la tabla 2 se resumen los resultados.

10

Tabla 2. Resultados del método de preparación de la pectina acromática estandarizada.

Nº	Masa de la disolución coloidal del concentrado de pectina modificada, kg	Concentración de la pectina modificada en la disolución coloidal, Cmp, %.	Concentración de la suma total de sustancias solubles en la disolución coloidal, C, °Brix	Grado de esterificación de la pectina modificada, DE, %	Introducción del compuesto y del estabilizante de pH en la disolución coloidal del concentrado de pectina modificada				Masa de la pectina acromática estandarizada, kg	Humedad de la pectina acromática estandarizada, W, %	Productividad de 100kg
					M1 citrato sódico, kg	M2 dextrosa, kg	M3 -pirofosfato sódico, kg	M4 -ortofosfato cálcico, kg			
1	100	7,00	7,63	38	0,53	4,24	1,96	1,96	18,3	12	50,5
2	100	7,00	7,63	33	0,71	-	3,18	-	12,5	12	34,6
3	100	7,00	7,63	33	0,71	8,17	3,18	-	20,8	12	57,5
4	100	7,00	7,63	56	2,65	-	-	-	11,3	12	31,1
5	100	7,00	7,63	56	2,65	4,73	-	-	16,1	12	44,4

15 Ejemplo 3: Preparación de fibras alimentarias

Tomamos 100 kg de la suspensión después de la etapa de hidrólisis de la protopectina, que incluye la modificación y extracción. Se enfría la suspensión hasta 35°C. Después se separan las fibras alimentarias húmedas del extracto mediante decantación forzada hasta que su concentración sea del 9%, y mediante centrifugación hasta que la concentración de la suspensión residual sea menor de 0,02%.

Se obtienen 94,5 kg de fibras alimentarias, con W = 95,2%, y un volumen específico de 1,08 m³/ton. Se deshidratan con 350 kg de la mezcla al 70-60% del alcohol usado. Después se filtran, prensan, trituran, y secan.

25

Finalmente se obtienen 5,0 kg de fibras alimentarias de color marfil claro, sin sabor, sin olor, y con una capacidad de absorción de 10 g/g, y una humedad de $W = 10\%$. El rendimiento de producción es del 5,4% a partir de corteza de cítricos fresca con humedad del 85,7%.

5

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención de pectina de cítricos **caracterizado** por:

- 5
- Utilizar productos derivados de la industrialización de cítricos (género *Citrus*).
- 10
- Concentrar la materia prima entre 1,7 a 2,0 veces por medio de la extracción de aquellas membranas pobres en pectina y con capacidad de hinchamiento reducida hasta el volumen específico 1,85-2,40 m³/ton de la materia prima.
- 15
- Lavar la materia prima con agua con una conductividad eléctrica de 300-450 µs/cm a temperatura ambiente, con un pH = 3,30-5,70, y más específicamente 3,38-5,61, hasta que la dureza de las aguas de reciclaje alcance los 1,0-2,7°dF, λ = 350-580 µs/cm.
- 20
- Realizar la quimioabsorción, la decoloración, la modificación de la protopectina y de los componentes de la pared vegetal, pudiéndose producir o no simultáneamente la hidrólisis parcial de la protopectina, mediante una disolución de peróxido hidrogeno (3,0-3,5%), con un pH que disminuye hasta 3,6 (δpH1= 3,6←6,2); a una temperatura de 18-30°C, durante 10-20 min, con una relación de fases de 1,5-2,7 (masa de líquido/masa de corteza cítrica o de otra materia prima procedente del paso anterior).
- 25
- Realizar la modificación de la pectina mediante la disminución del pH hasta 3,85 (δpH1m = 3,85←6,20), con un tiempo de tratamiento de 8-15 min.
- 30
- Realizar la hidrólisis disminuyendo el pH de 4,52 a 3,79 (δpH1, con un tiempo de tratamiento de 0-12 min, a una temperatura de 18-30°C hasta un pH de entre 3,83-5,37 y concentración de pectina del 0,19%. (Cp)
- 35
- Realizar la hidrólisis de la protopectina y la modificación de la pectina al mismo tiempo, mediante extracción hidrolítica durante 60-120 min a pH entre 2,7-3,5 (pH2), temperatura de 70-80°C, con una relación de fases de 4,0-6,0.
- 40
- La elevación de la concentración de pectina soluble modificada en el extracto (en el medio soluble) hasta 0,8-1,0% con la disminución simultanea de la concentración de impurezas laterales hasta 0,1-0,2°Brix.
- La obtención de pectina modificada hasta un grado de esterificación dado regulando las variables del proceso (f[δpH1, pH2, t1, t2, C1, T2]).
- Concentrar el extracto con una disminución del volumen de 5,6-13,0 veces, incrementándose la concentración de la pectina modificada 5-9 veces.
- 45
- Purificar la pectina mediante coagulación con una mezcla de alcoholes monohidroxílicos en una proporción 1/1.
- 50
- Homogeneizar la pectina mediante la introducción al 20-70% del compuesto usado para la estandarización y de un estabilizante de pH, en la disolución coloidal concentrada de pectina hasta de la etapa de secado.

- Realizar el secado de la disolución coloidal concentrada de pectina en lecho hirviente por medio de aire inerte y con un gradiente de temperatura 130-80°C, a una presión $P = 0,5-0,9$ bar; ajustando las presiones de vapor a $P1 = 5,8-10,5$ bar y $P2 = 4,0-5,4$ bar.

5

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** por utilizar como materia prima productos derivados de la industrialización de manzana (género *Malus*), remolacha (género *Beta*), mango (género *Mangifera*), piña (género *Ananas*) o maracuyá (género *Passiflora*).

10

3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el alcohol monohidroxílico utilizado es un alcohol de bajo peso molecular.

15

4. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el alcohol monohidroxílico de bajo peso molecular es isopropanol, etanol o metanol.

20

5. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque se suprime la etapa de purificación con alcoholes, quedando el resto del proceso tal y como se describe en la reivindicación 1.

25

6. Preparación a base de pectina obtenida mediante el procedimiento descrito en las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** por la obtención de la pectina acromática a 400-700 nm, con un color triestímulo cuyos valores están comprendidos entre los siguientes rangos $L = 49,70-53,00$, $a = (-0,07)-(-0,80)$, $b = (+0,05)-(+0,20)$, sin absorbancia a 250-380 nm, con un grado de esterificación de 12 a 81%, con la un rendimiento de extracción entre el 20-39% de la materia prima (en peso seco).

30

7. Preparación a base de fibra obtenida mediante el procedimiento descrito en las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** por la obtención de fibra alimentaria válida para su consumo. de color marfil claro, sin sabor, sin olor, y con una capacidad de absorción de 10-12 g/g, a una $W = 10-13\%$.

35

8. Composición de empleo alimentario, cosmético, farmacéutico o industrial, para el ser humano o los animales, **caracterizada** por contener una pectina o fibra descritas por las reivindicaciones 6 y 7, y obtenidas según el procedimiento descrito por alguna de las reivindicaciones 1 a 5.

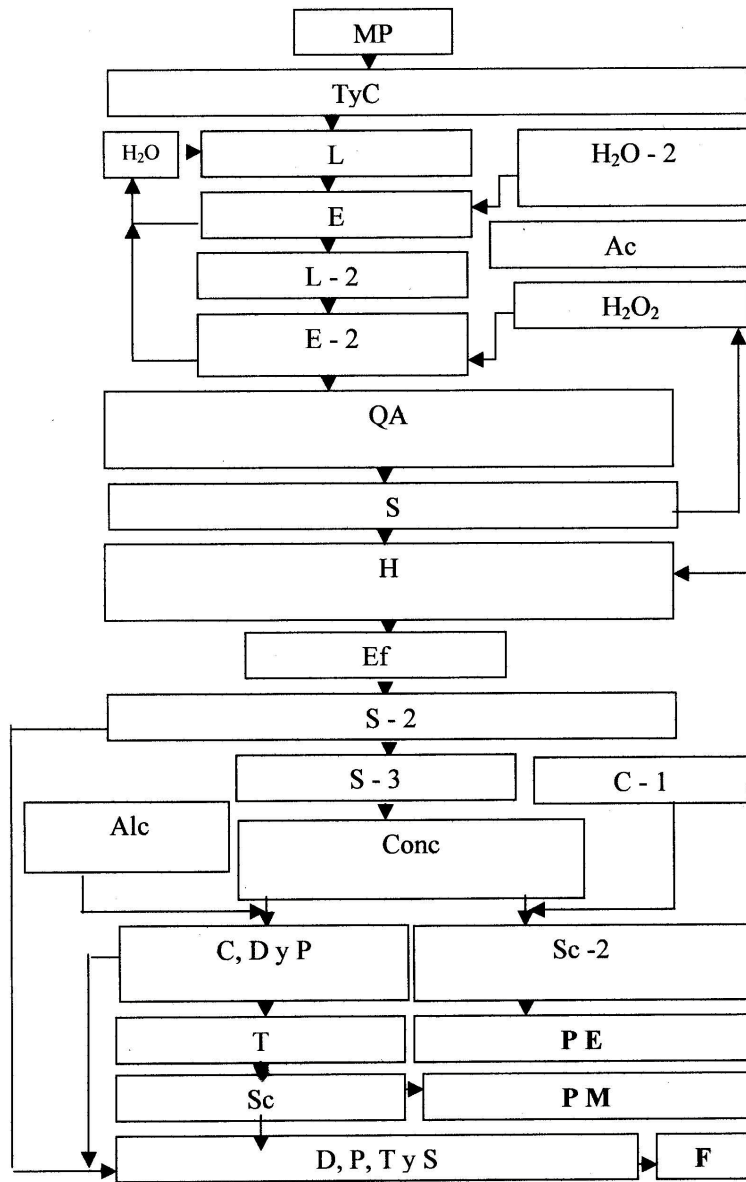


Figura 1.

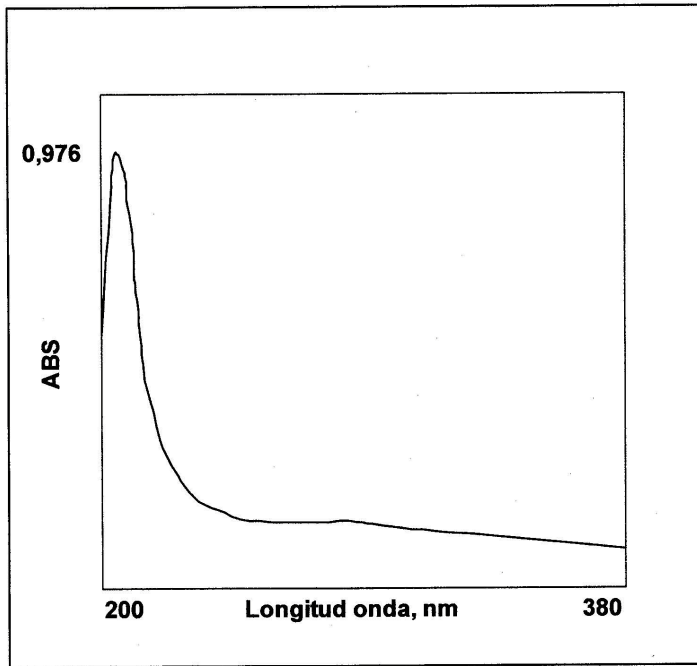


Figura 2.

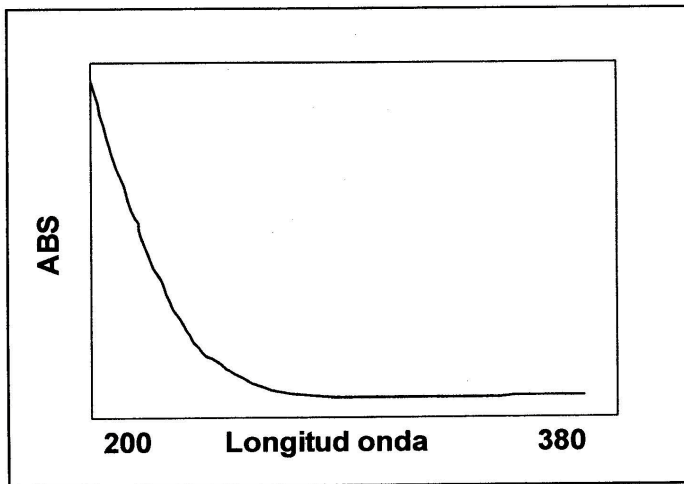


Figura 3.



②① N.º solicitud: 201301184

②② Fecha de presentación de la solicitud: 11.12.2013

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: **C08B37/06** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
E	ES 2515515 A2 (IGNATYEVA GALINA) 29.10.2014, todo el documento; en particular, ver reivindicaciones.	1-7
A	WO 2013063251 A1 (FRITO LAY NORTH AMERICA INC) 02.05.2013, todo el documento.	1-7
A	WO 2006094413 A1 (OBIPEKTIN AG et al.) 14.09.2006, todo el documento.	1-7
A	JP S6176503 A (MITSUBISHI ACETATE CO LTD) 19.04.1986, (resumen) BASE DE DATOS WPI [en línea], Thomson Corp., Philadelphia, USA, [recuperado el 20.04.2015]. Recuperado de WPI en EPOQUENET, (EPO), DW 198622, N° DE ACCESO 1986-140818.	1-7
A	CN 103254326 A (NANJING MEICHUN BIOLOG TECHNOLOGY CO LTD) 21.08.2013, (resumen) BASE DE DATOS WPI [en línea], Thomson Corp., Philadelphia, USA, [recuperado el 20.04.2015]. Recuperado de WPI en EPOQUENET, (EPO), DW 201425, N° DE ACCESO 2013-U82738.	1-7
A	RU 2321639 C2 (KOLESNIKOV VALERIJ ALEKSANDROV et al.) 27.05.2007, (resumen) BASE DE DATOS EPODOC [en línea], Recuperado de: EPOQUENET, E.P.O., [recuperado el 20.04.2015].	1-7
A	RU 2235478 C1 (N CAUCASUS SUGAR BEET SUGAR RES INST) 10.09.2004, (resumen) BASE DE DATOS EPODOC [en línea], Recuperado de: EPOQUENET, E.P.O., [recuperado el 20.04.2015].	1-7

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
23.04.2015

Examinador
A. Maquedano Herrero

Página
1/4

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

C07H, 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, WPI, CA

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 23.04.2015

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-7	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-7	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	ES 2515515 A2 (IGNATYEVA GALINA)	29.10.2014
D02	WO 2013063251 A1 (FRITO LAY NORTH AMERICA INC)	02.05.2013
D03	WO 2006094413 A1 (OBIPEKTIN AG et al.)	14.09.2006
D04	JP S6176503 A (MITSUBISHI ACETATE CO LTD)	19.04.1986
D05	CN 103254326 A (NANJING MEICHUN BIOLOG TECHNOLOGY CO LTD)	21.08.2013
D06	RU 2321639 C2 (KOLESNIKOV VALERIJ ALEKSANDROV et al.)	27.05.2007
D07	RU 2235478 C1 (N CAUCASUS SUGAR BEET SUGAR RES INST)	10.09.2004

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 solicitud reivindica un procedimiento para obtener una pectina modificada acromática en el rango de la luz visible y sin absorción en el rango ultravioleta entre 250-380 nm.

El procedimiento parte de subproductos de la industrialización de cítricos y de la fabricación de azúcar a partir de remolacha. A grandes rasgos, el material de partida (cortezas, pieles, semillas, etc.) se concentra y se somete a lavado.

Posteriormente, este material se trata con peróxido de hidrógeno para llevar a cabo un proceso de quimioabsorción, decoloración y modificación de la protopectina y de la pared vegetal.

A continuación, se somete el producto intermedio a una hidrólisis ácida mediante la adición de un ácido mineral (ácido nítrico). Tras la extracción del residuo, éste se coagula mediante una mezcla de alcoholes. Finalmente, el producto se tritura y se seca al aire.

La solicitud reivindica, asimismo, preparaciones y composiciones que puedan incluir el producto obtenido de acuerdo con el procedimiento anterior.

D01-D07 representan el estado de la técnica anterior. De ellos, se considera a D01 como el más cercano. Se refiere a un procedimiento de obtención de pectina modificada acromática a partir de cortezas de cítricos. Tras lavado del material de partida se trata éste con peróxido de hidrógeno. Posteriormente se somete al producto intermedio a hidrólisis con un ácido mineral. Seguidamente se coagula el extracto mediante la adición de una mezcla de alcoholes. La pectina coagulada se tritura y se seca.

D02-D07 reivindican distintos procedimientos para la obtención de pectina a partir de cítricos o de remolacha. Sin embargo, ninguno de ellos incluye todas y cada una de las etapas que constituyen el procedimiento reivindicado en la solicitud.

Por otro lado, el procedimiento reivindicado en D01 anticipa la novedad del procedimiento de la solicitud al contener todas las etapas del mismo. Si bien se trata de un documento de patente publicado en fecha posterior a la de presentación de la solicitud, se ha tenido en cuenta la definición de **estado de la técnica** que aparece en el Art. 6 de la LP: *Se entiende igualmente comprendido en el estado de la técnica el contenido de las solicitudes españolas de patentes o modelos de utilidad, tal como hubieren sido originariamente presentadas, cuya fecha de presentación sea anterior la fecha de presentación de la solicitud cuyo IET se está realizando y que hubieren sido publicadas en dicha fecha o en otra fecha posterior.*

Por todo ello, se considera que las reivindicaciones 1-7 de la solicitud no cumplen los requisitos de novedad en el sentido del artículo 6.1 de la Ley 11/1986 ni de actividad inventiva en el sentido del artículo 8.1 de la Ley 11/1986.