

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 606 163**

51 Int. Cl.:

C13B 20/16 (2011.01)

C13B 20/00 (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.12.2013 PCT/FR2013/053095**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2014 WO14096656**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2013 E 13818307 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.09.2016 EP 2935630**

54 Título: **Procedimiento para la purificación de zumo de remolacha**

30 Prioridad:

18.12.2012 FR 1262221

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

23.03.2017

73 Titular/es:

LESAFFRE ET COMPAGNIE (100.0%)

41, rue Etienne Marcel

75001 Paris, FR

72 Inventor/es:

PETIT, ERIC y

SARRAZYN, MARIE-YANNICK

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 606 163 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la purificación de zumo de remolacha

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de zumo azucarado de remolacha y, más concretamente, zumo azucarado obtenido por prensado de la remolacha. Se refiere también al zumo purificado y sus usos, en particular como sustrato de fermentación y para la preparación de azúcar cristalino.

10 Los zumos azucarados de remolacha se obtienen generalmente por un procedimiento de extracción llamado "extracción por difusión". Este procedimiento se puede resumir como sigue: las remolachas azucareras se lavan primero y después se cortan en rodajas antes de pasar a un extractor de gran capacidad dentro del cual circula agua caliente a contracorriente. Por tanto, el azúcar contenido en las rodajas pasa al agua; esto es la difusión. Una vez realizada esta etapa se obtienen entonces dos productos, las pulpas de remolacha "carentes de azúcar" y un agua cargada de azúcar llamada también zumo de difusión que convendrá purificar según el procedimiento de separación calcocarbónico para obtener un zumo depurado, concentrar para obtener un sirope y cristalizar eventualmente para obtener azúcar cristalizado.

15 La técnica anterior revela diversos procedimientos para la extracción de un zumo azucarado para la producción de azúcar. Así, el documento NL-C2-1014605 describe un prensado de remolachas enteras o cortadas, pudiendo las remolachas prensadas ser valoradas como alimento en nutrición animal y destinándose el zumo azucarado a la producción de azúcar. El documento EP 1063605 describe un procedimiento que comprende únicamente dos etapas de extracción por prensado de una mezcla que comprende una raspadura fresca de remolacha y un aditivo de zumo azucarado. El documento EP 1022342 describe un procedimiento de extracción de un zumo azucarado que comprende una pluralidad de etapas de prensado y extracción. Estos diversos procedimientos de transformación conducen a la obtención, por una parte, de pulpas de remolacha pobres en azúcar y, por otra parte, de un zumo azucarado diluido.

20 Los documentos GB 2022135 y JP 2000312881 describen la filtración de zumo azucarado sobre una precapa que contiene fibras de celulosa.

25 El documento WO 2009/125088 describe un procedimiento de transformación de remolacha que comprende al menos las etapas siguientes:

- lavado de la remolacha;
- prensado parcial de la remolacha para la obtención, por una parte, de una torta de prensado que contiene más del 20% de azúcar con relación a la materia seca y, por otra parte, de un zumo azucarado a una concentración superior al 15% de materia seca;
- separación de la torta de prensado y el zumo azucarado.

Este procedimiento de transformación puede comprender además, entre la etapa de lavado y de prensado, una etapa de corte de la remolacha.

35 El zumo azucarado no depurado, denominado en adelante JBT AE, obtenido según el documento WO 2009/125088 presenta un interés industrial importante y se puede utilizar en diversas aplicaciones, en particular como sustrato de fermentación. Sin embargo, debido a su porcentaje relativamente bajo de azúcar, necesita ser concentrado.

40 Ahora bien, la concentración de zumo no depurado se considera poco práctica por el experto en la técnica azucarera debido a la ausencia de purificación del zumo antes de la evaporación, lo que puede causar un ensuciamiento importante de las herramientas de evaporación. Es de destacar que anteriormente nunca un zumo no depurado (en el sentido azucarero del término) se había podido concentrar.

45 Los presentes inventores, investigando la utilización de JBT AE en un cierto número de aplicaciones, se han encontrado con dificultades de implementación particularmente en las aplicaciones que requieren una etapa de filtración. En efecto, se ha constatado que el JBT AE comprende partículas en suspensión. Estas partículas aún no identificadas perturban el desarrollo de las operaciones técnicas y hacen casi imposible las operaciones habituales de filtración. Estas dificultades limitan considerablemente el campo de utilización industrial del JBT AE.

El JBT AE relacionado con la invención presenta un porcentaje de lodos comprendido entre 8 y 20% dependiendo de las condiciones de preparación y del prensado de la remolacha. El porcentaje de lodos, expresado en volumen con relación a 100 g de JBT AE, se calcula como se describe en el ejemplo 1.

Por tanto existe una necesidad real de un procedimiento de purificación y o de filtración del JBT AE.

50 Las pruebas de purificación por filtración realizadas por los presentes inventores han demostrado que la microfiltración y/o ultrafiltración parecían ser suficientes para eliminar el depósito cuyo tamaño molecular está próximo al micrómetro. Sin embargo, los caudales de filtración de las membranas utilizadas (1,4 micrómetros, 0,45 micrómetros y 300 kDa) son muy bajos y resultan desventajosos para usos industriales.

Después de numerosos ensayos, los inventores han demostrado que la utilización de fibras de celulosa en los procedimientos de filtración permite reducir considerablemente la cantidad de las partículas depositadas.

5 En efecto, se ha constatado que la filtración del JBT AE sobre un filtro rotativo con precapa raspada a base de fibras de celulosa permite la obtención de un zumo azucarado (filtrado) que conduce tras la concentración a muy poco depósito.

También se ha constatado que la adición de fibras de celulosa al JBT AE mejora significativamente la filtración.

Además, se sabe que los materiales en suspensión se pueden eliminar por operaciones de centrifugación. En el caso presente, la centrifugación es eficaz solo a muy altas velocidades.

10 Los presentes inventores han constatado que los rendimientos de la centrifugación son mejorados cuando el JBT AE a centrifugar comprende fibras de celulosa.

El primer objetivo de la invención es un procedimiento de filtración del zumo de remolacha azucarado que comprende una etapa de hacer pasar dicho zumo a través de una precapa que comprende fibras de celulosa.

Según la invención, la precapa está compuesta por fibras de celulosa al 100%.

15 Según la invención, la filtración puede ser una filtración sobre un filtro rotativo de precapa raspada o una filtración frontal.

Por filtración frontal se entiende el flujo vertical del producto a filtrar a través de un filtro.

Los inventores han constatado también que la filtración, ya sea frontal o por filtro rotativo de precapa, se puede mejorar considerablemente si al JBT AE se añaden fibras de celulosa. La cantidad de fibras a añadir al JBT AE está comprendida entre 0,1 y 4% en peso y preferiblemente entre 0,2 y 3% en peso.

20 Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin limitar su alcance.

Ejemplos

1. Determinación del porcentaje de lodos:

El porcentaje de lodos se evalúa por centrifugación según el protocolo siguiente:

- pesar 65 g de JBT AE y añadir 20 ml de agua
- 25 - ajustar el pH a 6,5
- añadir 100 ml de agua desmineralizada
- calentar a 100°C y mantener en ebullición durante 2 a 3 minutos
- enfriar, después centrifugar durante 15 minutos a 3700 rpm en tubos de 15 ml

El contenido de lodos expresado en ml/100 g se calcula como sigue: $\text{ml lodos} \times 100 \times 100 / 15 \times 65$.

30 2. Filtración del JBT AE sobre filtro rotativo de precapa raspada

Se han realizado dos ensayos con 2 tipos de precapas:

- a. Almidón de patata suplementado con 10% de almidón de maíz;
- b. Fibras de celulosa conocidas bajo las marcas ARBOCEL (Grado BER40) y VITACEL (Grado L600).

35 Al ser la celulosa resistente a la temperatura, a diferencia del almidón, el uso de esta primera permite la filtración en caliente de los siropes.

En nuestras condiciones de prueba y con el fin de evitar la dilución del filtrado del JBT AE por el agua que constituye el anillo líquido de la bomba de vacío del filtro, se ha puesto en marcha un sistema de reciclaje del filtrado. El filtrado entonces se ha podido utilizar como líquido de servicio y suprimir así la dilución por agua.

40 Después de haber filtrado cerca de 80 a 100 litros de JBT AE, los ensayos se detuvieron y los filtrados se concentraron en un evaporador rotatorio. Los porcentajes de lodos de los JBT así reconstituidos se han medido y se agrupan en la tabla I siguiente. Estos JBT se han comparado con un control correspondiente al JBT AE descongelado y concentrado directamente sin ningún tratamiento previo.

Tabla I: Porcentaje de depósito medido en los JBT concentrados después de la filtración del JBT AE sobre precapa.

ES 2 606 163 T3

Tipo de precapa	Porcentaje de lodos	Observación
control JBT AE no filtrado	8 a 12%	concentrado directamente
Precapa constituida por 90% de almidón de patata modificado Alimentamyl + 10% de almidón de maíz	4%	obstrucción muy rápida de la precapa que requiere raspados regulares
Precapa a base de fibra de celulosa: 50% BER40 + 50% L600	< 1%	ninguna obstrucción observada, ningún raspado

El uso de una precapa constituida por almidón no es posible puesto que la filtración de 100 kg de JBT AE ha conllevado el consumo de aproximadamente 3 kg de almidón, es decir, una relación de aproximadamente 10% peso/peso de almidón por kg de JBT producido.

- 5 En cambio el uso de celulosa parece particularmente interesante puesto que no ha sido necesario raspado alguno de la precapa mientras que el depósito sobre JBT se ha reducido de aproximadamente 10% (control sin tratamiento) a menos de 1%.

3. Filtración frontal del JBT AE con adición (alimentación) de fibras de celulosa.

- 10 Habiendo permitido el uso de celulosa sobre el filtro de precapa una buena reducción del depósito presente en el JBT AE, los ensayos de alimentación del JBT AE por celulosa se han continuado en diferentes condiciones de filtración frontal.

En efecto, siendo difícil de dirigir la aplicación del JBT AE sobre filtro rotativo, se ha decidido trabajar en filtración frontal con precapa de celulosa (grado BER40) y alimentación (2% peso/peso sobre el zumo) con el fin de simplificar la realización de los ensayos y por tanto acelerar el ritmo de ello.

- 15 3 series de ensayos se han realizado con el fin de estimar el interés de una filtración del JBT AE sobre precapa de celulosa.

Los resultados de los diferentes ensayos realizados se agrupan en la tabla II a continuación. Los resultados se deben comparar con el control interno (JBT concentrado en L sin ningún otro tratamiento) y con los controles "Attin" (JBT producido en Attin a partir del mismo JBT AE).

- 20 Se han probado diferentes condiciones de ensayo haciendo variar:

- el pH del zumo a filtrar;
- el uso de un floculante (ALOES Alopoly 637) utilizado en 10 ppm.

Tabla II: Ensayos de filtración frontal de diferentes zumos de remolacha no concentrados procedentes del piloto ECOSAF.

- 25 Se deposita una precapa de celulosa sobre el filtro, siendo alimentado el zumo a filtrar con 2% de celulosa (Grado BER 40). Después de la filtración, los filtrados se alcalinizan si es necesario a pH 10, después se concentran en evaporador rotatorio hasta la obtención de un valor brix próximo a 65%. El porcentaje de depósito se ha medido a continuación.

Ensayo	Ref. de muestra	pH de la filtración	Alimentación de celulosa	Floculante (Alopoly 637)	Duración de la concentración & Brix final	Porcentaje de depósito	Observación
S1.4	JBT AE	10,0	no	no	20 min, 62°Bx	18%	control interno
S1.6	JBT AE	4,0	2%	no	20 min, 62°Bx	9%	reducción del depósito mediante pH bajo y celulosa
S2.2	JBT AE	10,5	2%	no	20 min, 67°Bx	4 a 5%	reducción del depósito mediante
S2.3	JBT AE	10,5	2%	10 ppm	20 min, 67°Bx	2%	

ES 2 606 163 T3

S2.4	JBT AE	4,2	2%	no	20 min, 66°Bx	1%	celulosa
S2.5	JBT AE	4,2	2%	10 ppm	20 min, 62°Bx	2%	
S3.2	JBT AE	9,2	No	no	20 min, 64°Bx	8%	control interno
S3.3	JBT AE	9,2	2%	10 ppm	20 min, 65°Bx	0%	reducción del depósito mediante celulosa

La utilización de celulosa ha permitido además una reducción significativa del porcentaje de lodos, reducción que se sitúa entre 50 y aproximadamente 90% del depósito inicial.

5 El seguimiento de la cinética de filtración muestra que las filtraciones de los JBT AE acidificados han demostrado ser más difíciles que las de los JBT AE alcalinos.

10 Estas observaciones sugieren que la acidificación del JBT AE y/o la adición de floculante provocan una pérdida de permeabilidad de la torta de filtración. Esta mayor resistencia a la filtración puede reflejar también una mayor retención de impurezas. Los porcentajes de depósito medidos en los zumos filtrados acidificados o de floculante añadido son en efecto más bajos (1 a 2%) que en el caso de filtración del JBT AE a pH 10,5 sin adición de floculante (porcentaje de depósito de aproximadamente 4 a 5%).

La filtración sobre precapa de celulosa permite, por tanto, retener el depósito presente en el JBT, la alimentación del JBT con la celulosa permite facilitar la filtración mejorando los caudales de filtración.

15 Si esta tecnología de depuración del JBT AE se mantuviera, convendría sin embargo continuar los ensayos con el fin de precisar el tipo de filtro a utilizar y los parámetros de alimentación. Se podría validar entonces la elección del grado de fibras de celulosa a utilizar.

4. Centrifugación del JBT AE con o sin alimentación de fibras de celulosa

Se han estudiado diferentes condiciones de centrifugación del JBT AE (C10) en la centrífuga del Piloto (JOUAN KR4/22, rotor de 6 vainas RP6, 0,8 kg de zumo centrifugado por vaina).

20 Las fibras de celulosa (Grado BER 40) se han podido utilizar para alimentación de los zumos antes de la centrifugación en una relación de incorporación que varía entre 0,5% y 2% peso/peso. El tiempo de contacto antes de la centrifugación se ha fijado en algunos minutos del tiempo de realizar las preparaciones.

El pH del zumo no se ha reajustado antes de su uso.

Para cada ensayo, el sobrenadante del zumo centrifugado se ha recuperado con cuidado con el fin de no resuspender el sedimento de centrifugación, después se ha concentrado en el evaporador rotatorio Piloto.

25 Dos cinéticas de concentración del sobrenadante se han podido aplicar en el curso de estos ensayos, a saber:

- cinética rápida y homogénea que conduce a un tiempo de residencia corto en el matraz de concentración, de aproximadamente 20 min. La concentración se realiza totalmente a vacío (25 mbar, 2,5 kPa), temperatura del baño de aproximadamente 90°C, temperatura del producto de aproximadamente 80°C y temperatura del vapor de aproximadamente 70°C.;
- 30 - cinética lenta que conduce a un tiempo de residencia en el matraz de concentración de aproximadamente 60 minutos. La concentración se realiza solo parcialmente a vacío según la secuencia siguiente (15 minutos sin vacío, temperatura del baño, del producto aproximadamente 90°C, poca evaporación durante este periodo; después 10 minutos a 500 mbar (50 kPa), temperatura del baño y producto cercanas a 90°C, poca evaporación; después 10 minutos a 200 mbar (20 kPa), temperatura del baño a 90°; después 25 mbar (2,5 kPa) hasta alcanzar
- 35 la concentración deseada).

Los resultados de los ensayos de centrifugación del JBT AE se agrupan en la tabla III a continuación.

Tabla III: Ensayos de centrifugación de diferentes zumos de remolacha tipo JBT AE procedentes del piloto ECOSAF.

40 Los zumos se han centrifugado en centrífuga Jouan KR4/22 + rotor RP6. El zumo a centrifugar puede ser alimentado con fibras de celulosa JRS BER40 según una relación de 0,5% a 2% peso/peso. Después de la centrifugación, los sobrenadantes se han concentrado en evaporador rotatorio hasta la obtención de un valor brix próximo a 65%. El porcentaje de depósito se ha medido a continuación según el protocolo del ejemplo 1.

ES 2 606 163 T3

Ensayo	Naturaleza de la muestra	Aceleración centrífuga / duración	Celulosa BER 40	Duración de la concentración & Brix final	Porcentaje de depósito	Observación
S4.1	JBT AE	no	no	20 min, 64°Bx	13%	Control Interno
S4.2	JBT AE	2700 g / 5 min	no	20 min, 62°Bx	2%	Reducción del porcentaje de lodos con o sin celulosa
S4.3	JBT AE	2700 g / 5 min	0,5%	20 min, 65°Bx	2%	
S4.4	JBT AE	2700 g / 5 min	1%	20 min, 66°Bx	2%	
S4.5	JBT AE	2700 g / 5 min	2%	20 min, 63°Bx	1%	
S4.6	JBT AE	4500 g / 5 min	no	20 min, 67°Bx	2%	
S4.7	JBT AE	4500 g / 5 min	0,5%	20 min, 63°Bx	1%	Reducción del porcentaje de lodos con o sin celulosa
S4.8	JBT AE	4500 g / 5 min	1%	20 min, 67°Bx	1%	
S4.9	JBT AE	4500 g / 5 min	2%	20 min, 62°Bx	1%	
S5.1	JBT AE	no	no	20 min, 63°Bx	21%	
S5.2	JBT AE	2700 g / 5 min	no	20 min, 63°Bx	< 0,5%	Reducción del porcentaje de lodos con o sin celulosa
S5.3	JBT AE	2700 g / 5 min	0,5%	20 min, 64°Bx	< 0,5%	
S5.4	JBT AE	2700 g / 5 min	1%	20 min, 64°Bx	< 0,5%	
S5.5	JBT AE	2700 g / 5 min	2%	20 min, 65°Bx	1%	
S5.6	JBT AE	4500 g / 5 min	no	20 min, 66°Bx	< 0,5%	Reducción del porcentaje de lodos con o sin celulosa
S5.7	JBT AE	4500 g / 5 min	0,5%	20 min, 68°Bx	< 0,5%	
S5.8	JBT AE	4500 g / 5 min	1%	20 min, 65°Bx	< 0,5%	
S5.9	JBT AE	4500 g / 5 min	2%	20 min, 66°Bx	< 0,5%	
S6.1	JBT AE	no	no	60 min, 66°Bx	14%	Control interno
S6.2	JBT AE	1000 g / 1 min	no	60 min, 65°Bx	1%	Reducción del porcentaje de lodos con o sin celulosa
S6.3	JBT AE	1000 g / 1 min	0,5%	60 min, 64°Bx	1%	
S6.4	JBT AE	1000 g / 5 min	no	60 min, 69°Bx	< 0,5%	
S6.5	JBT AE	1000 g / 5 min	0,5%	60 min, 68°Bx	< 0,5%	
S6.6	JBT AE	3000 g / 1 min	no	60 min, 68°Bx	< 0,5%	Reducción del porcentaje de lodos con o sin celulosa
S6.7	JBT AE	3000 g / 1 min	0,5%	60 min, 65°Bx	< 0,5%	
S6.8	JBT AE	3000 g / 5 min	no	60 min, 65°Bx	< 0,5%	
S6.9	JBT AE	3000 g / 5 min	0,5%	60 min, 65°Bx	< 0,5%	

Los ensayos de centrifugación del JBT AE muestran claramente que todas las condiciones probadas en el Piloto:

- aceleración que varía de 1000 a 4500g;
- 5 - durante un periodo de 1 a 5 minutos;
- con o sin utilización de celulosa;

ES 2 606 163 T3

- seguido por un tratamiento de concentración más o menos largo;
 - muestreo de JBT AE en piloto ECOSAF en 3 días diferentes,
- conducen a la reducción total del porcentaje de depósito presente en el JBT AE.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de depuración del zumo de remolacha azucarado, caracterizado por que:
 - se añade en el zumo a depurar fibras de celulosa en un porcentaje comprendido entre 0,1 y 4% en peso,
 - se filtra dicho zumo haciéndolo pasar a través de una precapa de filtración constituida al 100% por fibras de celulosa.
- 5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el porcentaje de fibras de celulosa está preferiblemente comprendido entre 0,2 y 3% en peso.
3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la filtración se efectúa mediante un filtro rotativo de precapa raspada.
- 10 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la filtración es frontal.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la etapa de filtración está precedida por una etapa de centrifugación.