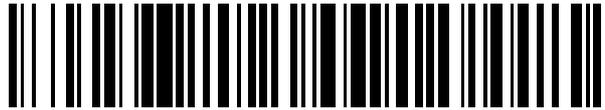


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 631 811**

51 Int. Cl.:

A23L 5/20 (2006.01)

B01J 20/24 (2006.01)

C12H 1/052 (2006.01)

C12H 1/056 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.01.2015** **E 15152353 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017** **EP 2898780**

54 Título: **Medio de purificación**

30 Prioridad:

23.01.2014 GB 201401171

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

05.09.2017

73 Titular/es:

**PHYTEX SA (100.0%)
Rue des brasseries 8 Bte 3,
7170 Manage, BE**

72 Inventor/es:

**HAMMOND, PETER y
VANDENBURG, HAROLD**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 631 811 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

Medio de purificación

5 La presente invención se refiere a un método para la producción de un medio de purificación y al uso de dicho medio de purificación para purificar un líquido. La invención se refiere en particular a la eliminación de toxinas de bebidas, por ejemplo cerveza y vino.

10 La fruta y los cereales usados en la producción de bebidas en ocasiones se contaminan con sustancias no deseadas y potencialmente venenosas. Esto puede ocurrir si predominan condiciones favorables para el crecimiento de microorganismos durante el crecimiento o el almacenamiento de la fruta o los cereales. Ciertos microorganismos producen compuestos que son tóxicos para los seres humanos y estas toxinas pueden persistir durante el procesamiento de la fruta o los cereales para dar bebidas. Si las toxinas no se eliminan en alguna fase durante la producción de la bebida, entonces las bebidas acabadas estarán contaminadas con las toxinas. Tales bebidas
15 contaminadas representan un grave riesgo para la salud para alguien que consuma las bebidas.

Ejemplos de tales toxinas derivadas de microorganismos que pueden provocar la contaminación de las bebidas son los metabolitos secundarios de hongos conocidos como micotoxinas. En particular, la micotoxina ocratoxina A (OTA) es un contaminante que se encuentra frecuentemente en la cerveza y el vino. Puede encontrarse en el moho que
20 crece en la piel de las uvas y sobre la cebada. La cantidad de OTA que se encuentra en la cerveza y el vino puede variar enormemente, teniendo los casos de alta contaminación el potencial de provocar que un consumidor supere el límite seguro recomendado de exposición diaria a la toxina. Por tanto, existe la necesidad de eliminar toxinas tales como la OTA de bebidas para garantizar que sean seguras para los consumidores.

25 Los métodos actuales para la eliminación de OTA y otras toxinas de bebidas incluyen filtrar la bebida a través de un filtro de carbón activado. Sin embargo, tales filtros son caros y pueden afectar negativamente al color y/o al sabor de la bebida. Un método alternativo para la eliminación de OTA de bebidas implica adsorber la OTA en fibras vegetales insolubles. Aunque es más económico y respetuoso con el medio ambiente que usar filtros activados, este método tiene un efecto perjudicial sobre el sabor y el color de las bebidas.

30 El documento JP 2010 022254 A da a conocer un método de purificación de una fibra dietética ácida, que hace que vapor sobrecalentado a 100-160°C entre en contacto con la sal de una fibra dietética ácida de material de partida. Preferiblemente, la fibra dietética ácida de material de partida se proporciona a un proceso de vapor sobrecalentado como polvo, gel o suspensión. LUQUE-RODRIGUEZ ET AL: "Dynamic superheated liquid extraction of anthocyanins
35 and other phenolics from red grape skins of winemaking residues", BIORESOURCE TECHNOLOGY, ELSEVIER BV, GB, vol. 98, n.º 14, 31 de marzo de 2007 (31-03-2007), páginas 2705-2713, ISSN: 0960-8524, DOI: 10.1016/J.BIORTECH.2006.09.019 da a conocer la extracción por líquido sobrecalentado dinámica de antocianinas y otros compuestos fenólicos de pieles de uvas tintas de residuos de vinificación con mezclas de etanol-agua. Las condiciones de trabajo óptimas para la extracción total de antocianinas eran: etanol-agua 1:1 acidificado con HCl al 0,8%, 120°C, 30 min, 1,2 ml/min y una presión de 80 bar. El documento US 2006/263410 A1 da a conocer un proceso biológico para descontaminar micotoxinas en un medio dietético líquido, caracterizado por que comprende al menos las siguientes etapas: adsorber al menos una parte de las micotoxinas, que es probable que estén presentes en el medio dietético líquido que va a descontaminarse, poniendo dicho medio en contacto con fibras vegetales insolubles micronizadas, y eliminar dichas fibras en las que están absorbidas las micotoxinas.
40 Preferiblemente, dicho medio es una bebida.

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un medio de purificación y un método de purificación de un líquido que supere algunas de las desventajas de la técnica anterior.

50 Según el primer aspecto de la presente invención se proporciona un método de producción de un medio de purificación, comprendiendo el método las etapas de:

(a) poner en contacto fibras vegetales con un fluido sobrecalentado; y

55 (b) procesar las fibras vegetales para dar una forma particulada.

La etapa (a) implica el tratamiento de fibras vegetales. Las fibras vegetales adecuadas incluyen fibras de plantas y/o fibras de cereales. Puede usarse una mezcla de fibras. Las fibras adecuadas incluyen salvado de trigo, cáscaras de trigo sarraceno, pulpa de uva, fibra de madera, paja, algodón, cáñamo, lino, forraje, seda, yute, kenaf, ramio, sisal, miraguano, pita, ratán, semilla de soja, vid, plátano, fibra de coco, mezclas de fibras de tallos y subproductos de los mismos.
60

Las fibras especialmente preferidas para su uso en el presente documento incluyen fibras de pulpa de uva y/o cáscaras de trigo sarraceno.

65

Las fibras vegetales que se ponen en contacto con el fluido sobrecalentado en la etapa (a) pueden proporcionarse en cualquier forma adecuada. En algunas realizaciones, las fibras vegetales pueden trocearse, aplastarse o triturarse, al menos parcialmente, para reducir su tamaño. Pueden usarse fibras vegetales parcialmente trituradas que de lo contrario serían un producto de desecho.

5 En la etapa (a) las fibras vegetales se ponen en contacto con un fluido sobrecalentado.

Los fluidos sobrecalentados adecuados incluyen agua sobrecalentada y alcanoles sobrecalentados. Los alcanoles sobrecalentados adecuados incluyen etanol sobrecalentado. El fluido sobrecalentado puede comprender una mezcla de fluidos sobrecalentados, por ejemplo una mezcla de agua sobrecalentada y un alcohol sobrecalentado.

10 La etapa (a) puede implicar una única etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado. Alternativamente, la etapa (a) puede implicar múltiples etapas de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado. En realizaciones en las que se usa más de una etapa, las fibras vegetales pueden ponerse en contacto con el mismo o diferentes fluidos sobrecalentados.

15 Por tanto, la etapa (a) puede implicar una única etapa de poner en contacto las fibras vegetales con fluido sobrecalentado, por ejemplo agua sobrecalentada, un alcohol sobrecalentado o una mezcla sobrecalentada de agua y un alcohol.

20 En algunas realizaciones, la etapa (a) puede implicar más de una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado, en las que las fibras vegetales se tratan con el mismo fluido sobrecalentado en cada una de las etapas.

25 En algunas realizaciones preferidas, la etapa (a) implica una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un primer fluido sobrecalentado y una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un segundo fluido sobrecalentado, siendo los fluidos sobrecalentados primero y segundo diferentes.

30 En realizaciones en las que la etapa (a) implica múltiples etapas de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado, cada etapa puede llevarse a cabo en el mismo recipiente. Alternativamente, las etapas pueden llevarse a cabo en diferentes recipientes.

35 En algunas realizaciones, la etapa (a) comprende una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada.

En realizaciones preferidas, la etapa (a) comprende una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado.

40 En realizaciones especialmente preferidas, la etapa (a) comprende una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada y una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado. La etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada puede llevarse a cabo antes o después de la etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado. Preferiblemente, la etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada se lleva a cabo antes de la etapa de tratar las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado.

45 Preferiblemente, el agua sobrecalentada tiene una temperatura en el intervalo de desde 150°C hasta 220°C, por ejemplo desde 165°C hasta 185°C.

50 Preferiblemente, el etanol sobrecalentado tiene una temperatura en el intervalo de desde 100°C hasta 150°C, por ejemplo desde 130°C hasta 150°C.

De manera adecuada, la o cada etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado en la etapa (a) se lleva a cabo a una presión mayor que la presión ambiental. Preferiblemente, la o cada etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado en la etapa (a) se lleva a cabo a una presión suficiente para mantener el estado líquido del fluido sobrecalentado, por ejemplo a una presión de entre 5 y 20 bar, por ejemplo aproximadamente 10 bar.

60 En la o cada etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado en la etapa (a), las fibras vegetales se ponen en contacto preferiblemente con el fluido sobrecalentado durante un periodo de al menos 5 minutos, preferiblemente al menos 10 minutos, de manera adecuada al menos 20 minutos, por ejemplo al menos 30 minutos.

65 De manera adecuada, en la o cada etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado en la etapa (a), las fibras vegetales se ponen en contacto con el fluido sobrecalentado durante un periodo de hasta 24 horas, preferiblemente hasta 16 horas, de manera adecuada hasta 8 horas, por ejemplo hasta 6 horas.

La etapa (b) implica procesar las fibras vegetales para dar una forma particulada. El procesamiento puede implicar procesar mecánicamente las fibras vegetales para dar una forma particulada. Los procesos mecánicos adecuados pueden incluir triturar, machacar, moler, cortar, combinar o pulverizar. La etapa (b) implica de manera adecuada reducir el tamaño de las fibras vegetales. Las formas particuladas adecuadas incluyen gránulos y polvo.

5 En algunas realizaciones preferidas, las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula menor de 2 mm, de manera adecuada menor de 1,5 mm. De manera adecuada, las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula mayor de 0,1 mm, de manera adecuada mayor de 0,3 mm. De manera adecuada, las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula de entre 0,5 mm y 1 mm.

10 En algunas realizaciones, las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula de menos de 200 μm , por ejemplo menor de 100 μm , de manera adecuada menor de 75 μm . De manera adecuada, las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula mayor de 1 μm , por ejemplo mayor de 5 μm , de manera adecuada mayor de 10 μm .

15 En algunas realizaciones, tras la etapa (b), el 90% de las partículas de fibras vegetales tienen un tamaño de partícula menor de 700 μm , medido mediante análisis granulométrico. De manera adecuada, tras la etapa (b), el 90% de las partículas de fibras vegetales tienen un tamaño de partícula menor de 400 μm , medido mediante análisis granulométrico. De manera adecuada, tras la etapa (b), el 90% de las partículas de fibras vegetales tienen un tamaño de partícula de entre 2 y 200 μm , medido mediante análisis granulométrico.

20 En algunas realizaciones, tras la etapa (b), el 70% de las partículas de fibras vegetales tienen un tamaño de partícula menor de 100 μm , medido mediante difracción láser. De manera adecuada, tras la etapa (b), el 90% de las partículas de fibras vegetales tienen un tamaño de partícula menor de 100 μm , medido mediante difracción láser.

25 El método del primer aspecto puede incluir una etapa de secado opcional entre las etapas (a) y (b). Alternativa y/o adicionalmente, el método del primer aspecto puede incluir una etapa de secado opcional tras la etapa (b). De manera adecuada, la etapa de secado se lleva a cabo a una temperatura de desde 30 hasta 80°C, por ejemplo a una temperatura de desde 50 hasta 70°C. El secado puede verse ayudado por el uso de presión reducida. De manera adecuada, la etapa de secado se lleva a cabo a una temperatura de menos de 65°C. De manera adecuada, la etapa de secado se lleva a cabo a una temperatura de menos de 60°C.

30 Se ha encontrado que las partículas obtenidas mediante el método de la presente invención tienen propiedades mejoradas en cuanto a la eliminación de ocratoxina A de bebidas, por ejemplo, vino y cerveza.

35 Sin querer restringirse a la teoría, se cree que el fluido sobrecalentado, especialmente etanol sobrecalentado, ayuda en la eliminación de grasas de las fibras vegetales. Se cree que estas grasas tienen un efecto perjudicial sobre el sabor de una bebida. Sin embargo, las grasas pueden ser útiles por sí mismas para otros propósitos. Las grasas pueden recuperarse del fluido sobrecalentado usado si se desea.

40 Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un medio de purificación obtenido mediante el método del primer aspecto.

45 Según un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un método de eliminación de compuestos contaminantes de un líquido, comprendiendo el método las etapas de:

(i) proporcionar un medio de purificación que comprende fibras vegetales que se han puesto en contacto con un fluido sobrecalentado; y

50 (ii) poner en contacto el líquido con el medio de purificación.

El líquido del que se eliminan los compuestos contaminantes en el método del tercer aspecto de la presente invención puede ser una bebida o un líquido usado en la producción de una bebida. En algunas realizaciones, el líquido es cerveza o un líquido que contiene extractos de cereales usados en la producción de cerveza. En algunas realizaciones, el líquido es vino o un líquido que comprende extractos de uva usados en la producción de vino.

Los compuestos contaminantes eliminados del líquido pueden comprender toxinas. De manera adecuada, los compuestos contaminantes son micotoxinas. En realizaciones preferidas, los compuestos contaminantes eliminados del líquido comprenden ocratoxina A (OTA).

60 La etapa (i) implica proporcionar un medio de purificación. El medio de purificación se proporciona de manera adecuada mediante el método del primer aspecto. El medio de purificación se proporciona de manera adecuada en forma particulada. Preferiblemente se proporciona en forma de polvo. Las características preferidas del medio de purificación proporcionado en la etapa (i) son tal como se definen en relación con los aspectos primero y segundo.

La etapa (ii) implica poner en contacto el líquido con el medio de purificación.

Esto puede llevarse a cabo mediante cualquier método adecuado y el experto en la técnica conocerá tales métodos.

La etapa (ii) puede implicar usar el medio de purificación para formar una torta de filtración y entonces hacer pasar el líquido a través de la torta de filtración. Cuando se hace pasar el líquido a través de la torta de filtración, los compuestos contaminantes pueden adsorberse en el medio de purificación y por tanto retenerse en la torta de filtración.

La etapa (ii) puede implicar formar una capa que comprende el medio de purificación en el fondo de un recipiente o un canal y entonces hacer pasar el líquido a través del recipiente o canal sobre la capa que comprende el medio de purificación. Cuando se hace pasar el líquido sobre la capa, compuestos contaminantes pueden adsorberse en el medio de purificación.

La etapa (ii) puede implicar mezclar el medio de purificación con el líquido. La mezcla resultante puede dejarse durante un periodo de tiempo para permitir que los compuestos contaminantes se adsorban en el medio de purificación. La mezcla puede agitarse de manera continua o puede permitirse que el medio de purificación sedimente en el fondo de un recipiente que contiene el líquido.

La etapa (ii) puede repetirse. De manera adecuada, la etapa (ii) se repite al menos una vez. La repetición de la etapa (ii) puede posibilitar que se eliminen cantidades mayores de compuestos contaminantes.

En algunas realizaciones, el método puede implicar una etapa de separar el líquido del medio de purificación, tras la etapa (ii). Por ejemplo, en realizaciones en las que el líquido se mezcla con el medio de purificación en la etapa (ii), puede ser necesario eliminar el medio de purificación de la mezcla, por ejemplo mediante filtración o decantación.

Se ha encontrado que el método de la presente invención es muy eficaz eliminando compuestos contaminantes de líquidos, especialmente bebidas, por ejemplo vino y cerveza. Se ha encontrado que el método es altamente selectivo porque se han eliminado compuestos contaminantes sin eliminación simultánea de cantidades significativas de otros compuestos deseables, por ejemplo compuestos que confieren color y/o aroma a una bebida. Además no se ha observado que los compuestos del medio de purificación se disuelvan en el líquido. En algunos métodos de la técnica anterior, tales compuestos han tenido un efecto perjudicial sobre el sabor de una bebida.

En realizaciones preferidas, se ha encontrado que el método del tercer aspecto de la presente invención es altamente eficaz eliminando micotoxinas, especialmente ocratoxina A (OTA) de bebidas, especialmente cerveza y vino.

El método del tercer aspecto elimina preferiblemente al menos el 20% en peso de la ocratoxina A presente en un líquido tratado mediante el método, preferiblemente al menos el 40% en peso, más preferiblemente al menos el 60% en peso, preferiblemente al menos el 70% en peso, más preferiblemente al menos el 80% en peso, por ejemplo al menos el 90% en peso o al menos el 95% en peso.

Preferiblemente, el sabor de una bebida tratada mediante el método del tercer aspecto no difiere significativamente del sabor de la bebida antes del tratamiento.

Preferiblemente, el color de una bebida tratada mediante el método del tercer aspecto de la presente invención no difiere significativamente del color de la bebida antes del tratamiento.

Por "no difiere significativamente" quiere decirse que el experto en la técnica no detectaría ninguna diferencia en el sabor o color de la bebida tras el tratamiento.

La invención se describirá ahora adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplo 1

Se pusieron en contacto fibras de pulpa de uva con agua sobrecalentada a 175°C y una presión de aproximadamente 10 bar durante un periodo de 1-4 horas. Entonces se secó la pulpa de uva y se trituró para proporcionar un medio de purificación derivado de pulpa de uva en una forma particulada fina.

Ejemplo 2

Se pusieron en contacto fibras de pulpa de uva con agua sobrecalentada a 175°C y una presión de aproximadamente 10 bar durante un periodo de 1-4 horas. Entonces se pusieron en contacto las fibras de pulpa de uva con etanol sobrecalentado a 140°C y una presión de aproximadamente 10 bar durante un periodo de 1-4 horas.

Entonces se secaron las fibras de pulpa de uva sobre bandejas a 60°C en un horno de circulación de aire y se trituraron para proporcionar un medio de purificación derivado de pulpa de uva en una forma particulada fina.

Ejemplo 3: Descontaminación *in vitro* usando pulpa de uva micronizada, extraída con SHW

Se pusieron en contacto una disolución contaminada y una fibra y entonces se separaron el líquido y la fibra mediante centrifugación. Se midió la contaminación residual del líquido y la diferencia en el nivel de toxinas de la disolución original y el del líquido muestra el grado de descontaminación del líquido. Los resultados se expresan como la cantidad de adsorbente necesaria para reducir el nivel de toxinas en un 50%.

Pruebas comparativas de un gran número de fibras de plantas micronizadas encontraron que el mejor producto adsorbente disponible de este conjunto (envueltas de trigo micronizadas) tenía que proporcionarse a 7 g/l para reducir el nivel de micotoxinas en un 50%. La pulpa de uva micronizada extraída con agua sobrecalentada tal como se preparó en el ejemplo 1 redujo el nivel de micotoxinas en un 50% cuando se proporcionó a 0,2 g/l, una reducción del 97% en la cantidad de material requerida para producir un nivel de descontaminación comparable al de las envueltas de trigo micronizadas.

Ejemplo 4: Filtración de cerveza

Se contaminó artificialmente cerveza con 84,7 µg/l de OTA y se filtró con una torta de filtración de pulpa de uva micronizada extraída con agua sobrecalentada según los parámetros definidos en la tabla 1. El nivel de OTA en la cerveza se redujo hasta 0,14 µg/l, una reducción mayor del 99% en la cantidad de OTA presente en la cerveza. Los resultados de la turbidez y el contenido en levadura mostrados en la tabla 2 cumplieron completamente los requisitos comerciales de la fabricación de cerveza.

Tabla 1 Datos de filtración: parámetros de filtración

Superficie de filtro	0,055 m ²
Capacidad de filtración específica	5,45 hl/h/m ²
Tiempo de filtración	2-3 horas
Prerrecubrimiento 1	654 g/m ²
Prerrecubrimiento 2	818 g/m ²
Consumo específico total	430-450 g/hl
Caída de presión	0,3-0,4 bar

Tabla 2: Eficacia de la filtración

	Antes de la filtración	Después de la filtración
Turbidez (EBC)	25,24	0,26
Levadura (nb/g)	1,56 x 10 ⁴	No detectable

La cerveza original, la cerveza filtrada y la torta de filtración tras la filtración se sometieron a prueba para determinar la presencia de los pesticidas listados en la tabla 3. Como se muestra en la tabla 3, el accesorio de filtro de pulpa de uva micronizada extraída con agua sobrecalentada eliminó la azoxistrobina de la cerveza en un grado tal que los niveles eran indetectables. Se midieron los niveles de pesticidas en la torta de filtración tras la filtración y muestran que se había concentrado la azoxistrobina en la torta. Lo que es destacable de los resultados en la tabla 3 es que los pesticidas que no se detectaron en la cerveza original ni se detectaron en la cerveza filtrada, se detectaron en la torta. Las pruebas en el accesorio del filtro original confirmaron que no podían detectarse pesticidas en el propio proceder de la cerveza.

Tabla 3: Residuo de pesticidas

Pesticida	Nivel en la cerveza original (µg/l)	Nivel en la cerveza filtrada (µg/l)	Nivel en la torta de filtración tras la filtración (µg/kg)
Azoxistrobina	1,3	nd	38,7
Metalaxilo-M	nd	nd	1,5
Dimetomorf	nd	nd	1,7
Boscalida	nd	nd	2,7
Miclobutanil	nd	nd	2,6

Ejemplo 5: Filtración de vino

Se combinó vino contaminado con pesticidas como parte del proceso de cultivo convencional en el que las uvas se habían sometido a una aplicación excesiva de pesticidas inmediatamente antes de la cosecha con un vino seleccionado para la contaminación natural con OTA para dar un vino con una contaminación residual de OTA de

3,9 µg/l. Se filtró el vino con una torta de filtración de pulpa de uva micronizada extraída con agua sobrecalentada según los parámetros definidos en la tabla 4.

Tabla 4: Parámetros de filtración

Superficie de filtro	0,055 m ²
Capacidad de filtración específica	5,45 hl/h/m ²
Tiempo de filtración	2-3 horas
Prerrecubrimiento 1	654 g/m ²
Prerrecubrimiento 2	818 g/m ²
Consumo específico total	500-550 g/hl
Caída de presión	0,3-0,7 bar

5 Los resultados de turbidez en la tabla 5 muestran que la turbidez (en EBC – unidades de la Convención Europea de Cervecería (*European Brewery Convention*)) se redujo significativamente tras la filtración.

Tabla 5: Eficacia de la filtración

	Antes de la filtración	Después de la filtración
Turbidez (EBC)	1629	0,25

10 Los resultados de descontaminación se muestran en la tabla 6. El nivel de OTA de 3,9 µg/l presente en el vino original se redujo hasta un nivel no detectable en el vino filtrado. Todas las contaminaciones de pesticidas se redujeron significativamente (en más del 90%) excepto el iprovalicarb que sólo se redujo en un 20%. Todos los pesticidas adsorbidos se capturaron mediante el filtro y se encontraron a niveles significativos en la torta de filtración.

15 Tabla 6: Eficacia de la filtración

Toxina	Nivel en el vino no filtrado (µg/l)	Nivel en el vino filtrado	Nivel en la torta (µg/kg)
OTA	3,93	nd	No medido
Boscalida	8,4	nd	27,5
Dimetomorf	25,5	1,2	69,9
Fenhexamida	43,3	4,3	144,1
Iprodiona	16,8	nd	248,0
Iprovalicarb	2,1	1,6	4,5

Ejemplo 6: Evaluación sensorial del accesorio de filtro procesado

20 Se diseñaron pruebas triangulares para mostrar si una muestra tratada es indistinguible de una no tratada. La muestra de disolución hidroalcohólica o vino tratado se compara con dos muestras no tratadas. Se le pide al probador que indique qué muestra es diferente. Si no hay diferencia, entonces la muestra elegida se distribuirá aleatoriamente. El grado en el que la selección difiere de una aleatoria puede usarse para determinar la probabilidad de que la muestra tratada sea diferente.

25 Las muestras de prueba se prepararon usando 2 g de fibra en 100 ml de vino tinto. Esta es una razón bastante más alta de fibra con respecto a vino que se encontrará durante el uso normal de la fibra como medio de purificación.

Tabla 7

Fibra	Respuesta correcta	Respuesta incorrecta	Conclusión
Control (tierra de diatomeas)	3	11	No significativo
Extraída con SHW, sin etanol	9	1	Significativo
SHW y etanol sobrecalentado	14	6	No significativo
SHW e isopropanol sobrecalentado	14	8	No significativo

30 Los resultados en la tabla 7 muestran que con agua sobrecalentada sola, la muestra era significativamente diferente con respecto al control. Tras el tratamiento con agua sobrecalentada seguida por o bien etanol sobrecalentado o bien isopropanol sobrecalentado, no hubo una diferencia significativa entre la muestra y el control. Por tanto, el vino puesto en contacto con fibra tratada con agua sobrecalentada y etanol sobrecalentado tenía un sabor que no era significativamente diferente del vino que se había puesto con tierra de diatomeas (el control).

Ejemplo 7 Extracción con etanol sobrecalentado

40 Se cargó pulpa de uva en un recipiente a presión y se extrajo con agua sobrecalentada (SHW, *superheated water*) a 180°C. El material o bien se secó tras la extracción con SHW, o bien se extrajo adicionalmente con etanol

sobrecalentado (SHE, *superheated ethanol*) y entonces se secó. Se determinó el contenido en grasas de las muestras mediante extracción Soxhlet tras hidrólisis ácida y estos resultados se muestran en la tabla 8.

Tabla 8

Muestra	Peso de fibra / g	Temp. de SHW	Tiempo de SHW	Razón agua/fibra	Temp. de SHE	Tiempo de SHE	Razón de SHE	Grasa (%)	% de error
4/GP/104	500	180	2	16	0	0	0	12,0	0,382
4/GP/106	500	180	2	8	0	0	0	11,5	0,088
4/GP/108	502	180	4	16	0	0	0	11,4	0,657
4/GP/110	502	180	2	16	150	2	16	0,4	0,070
4/GP/111	500	180	2	8	145	1	8	0,8	0,070
4/GP/112	4970	180	2	16	143	2	16	0,6	0,000

5 El etanol no es habitualmente un disolvente muy bueno para la extracción de grasas, pero el etanol sobrecalentado extrajo casi toda la grasa de las muestras extraídas con SHW.

10 Ejemplo 8 Extracción con disolvente sobrecalentado a escala de laboratorio

Se pusieron muestras de pulpa de uva (aproximadamente 25 g) en un recipiente a presión y se extrajeron con un disolvente sobrecalentado – o bien acetato de etilo (EtOAc) a 100°C o 110°C o bien etanol (EtOH) a 140°C. Se puso la célula en un horno y se bombeó el disolvente a través de la célula. Los valores de extracción de grasas en tanto por ciento se muestran en la tabla 9.

15 Tabla 9

Razón de disolvente / fibra	% de grasa extraída		
	EtOAc 100°C	EtOAc 110°C	EtOH 140°C
0	0		
0,5	33,5		
2,4	71,1		
4,3	78,7		
6,2	82,7		
8,2	84,5		
0		0,0	
2		78,0	
4		86,2	
6		90,8	
0			0,0
2			65,0
4			88,4
6			95,4
8			97,4

20 Los resultados en la tabla 9 muestran que el acetato de etilo extrae la grasa de manera más eficaz a 110°C que a 100°C. El etanol es habitualmente un mal disolvente para las grasas, pero a 140°C el etanol extrajo de manera tan eficaz como el acetato de etilo a 110°C. Con el etanol a 140°C y el acetato de etilo a 110°C, la extracción alcanza el 90% con una razón de disolvente con respecto a fibra de sólo 4. La Figura 1 muestra un diagrama de los datos mostrados en la tabla 9.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un método de producción de un medio de purificación, comprendiendo el método las etapas de:
- 5 (a) poner en contacto fibras vegetales con un fluido sobrecalentado a una presión mayor que la presión ambiental; y
(b) procesar las fibras vegetales para dar una forma particulada;
- 10 en el que la etapa (a) comprende una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada y una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado; y
en el que las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula de menos de 2 mm.
- 15 2.- El método según la reivindicación 1, en el que las fibras vegetales son pulpa de uva y/o cáscaras de trigo sarraceno.
- 3.- El método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el alcohol sobrecalentado comprende etanol sobrecalentado.
- 20 4.- El método según cualquier reivindicación anterior, en el que la etapa (a) implica múltiples etapas de poner en contacto las fibras vegetales con un fluido sobrecalentado.
- 5.- El método según la reivindicación 4, en el que la etapa (a) comprende una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada y una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado.
- 25 6.- El método según cualquier reivindicación anterior, en el que la etapa (b) implica reducir el tamaño de las fibras vegetales.
- 30 7.- El método según cualquier reivindicación anterior, en el que el método comprende una etapa de secado entre las etapas (a) y (b).
- 8.- Un medio de purificación que puede obtenerse mediante el método según cualquier reivindicación anterior.
- 35 9.- Un método de eliminación de compuestos contaminantes de un líquido, comprendiendo el método las etapas de:
- (i) proporcionar un medio de purificación que comprende fibras vegetales que se han puesto en contacto con un fluido sobrecalentado; y
- 40 (ii) poner en contacto el líquido con el medio de purificación;
- en el que la etapa (i) comprende las etapas de:
- 45 (a) poner en contacto fibras vegetales con un fluido sobrecalentado a una presión mayor que la presión ambiental; y
(b) procesar las fibras vegetales para dar una forma particulada;
- 50 en el que la etapa (a) comprende una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con agua sobrecalentada y una etapa de poner en contacto las fibras vegetales con un alcohol sobrecalentado; y
en el que las partículas de fibras vegetales obtenidas tras la etapa (b) tienen un tamaño medio de partícula de menos de 2 mm.
- 55 10.- El método según la reivindicación 9, en el que el líquido es una bebida o un líquido usado en la producción de una bebida.
- 11.- El método según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 10, en el que los compuestos contaminantes eliminados del líquido comprenden toxinas.
- 60 12.- El método según la reivindicación 11, en el que los compuestos contaminantes son micotoxinas.
- 13.- El método según la reivindicación 12, en el que los compuestos contaminantes eliminados del líquido comprenden ocratoxina A (OTA).
- 65

Figura 1

