

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 712 083**

51 Int. Cl.:

C08B 37/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.02.2016 PCT/EP2016/052500**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.08.2016 WO16124738**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2016 E 16709977 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 3253805**

54 Título: **Proceso para obtener inulina de las raíces de la planta del cardo**

30 Prioridad:

05.02.2015 IT UB20150477

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

09.05.2019

73 Titular/es:

**NOVAMONT S.P.A. (100.0%)
Via G. Fauser 8
28100 Novara, IT**

72 Inventor/es:

**BASTIOLI, CATIA;
CAPUZZI, LUIGI y
CAROTENUTO, GIUSEPPINA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 712 083 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

Proceso para obtener inulina de las raíces de la planta del cardo

Esta invención se refiere a un nuevo proceso para obtener inulina de las raíces de plantas del cardo, que pertenecen a la tribu Cardueae.

5 La inulina es un polisacárido lineal que comprende principalmente moléculas de D-fructosa que se encuentra como una sustancia de reserva, como el almidón, en muchas especies de plantas que incluyen aquellas que pertenecen a la familia Asteraceae, como por ejemplo las alcachofas de Jerusalén (*Helianthus tuberosus*), achicoria (*Cichorium intibus*) y plantas de la tribu Cardueae, como en particular aquellas de la especie *Cynara cardunculus*.

10 La inulina se aplica en muchos campos, como por ejemplo en la industria alimentaria como edulcorante o como sustituto de grasas y harinas, en la producción de etanol, en el sector médico, donde se utiliza, por ejemplo, para medir la función renal, en el tratamiento de trastornos intestinales y como coadyuvante para vacunas. Dado su origen renovable y su disponibilidad potencialmente extensiva, la inulina es un material de partida útil para la industria química, en particular cuando se considera una posible materia prima para la producción de HMF y ácido 2,5-furandicarboxílico.

15 En la actualidad, la inulina se obtiene principalmente de las raíces de achicoria, de las cuales se extrae mezclando las raíces secas trituradas con agua y filtrando y/o centrifugando posteriormente la disolución acuosa obtenida, que es rica en inulina.

El creciente interés mostrado por la industria química en la inulina como posible materia prima significa que deben identificarse otras fuentes que sean capaces de asegurar una mayor disponibilidad y un menor coste.

20 De las diversas especies de plantas en las que está presente, las raíces de plantas pertenecientes a la tribu Cardueae, especialmente aquellas cultivadas de acuerdo con el método descrito en la Solicitud de Patente Italiana N.º 102015000005531 y en la solicitud internacional N.º PCT/EP2016/052487, son una fuente prometedora de inulina debido a su capacidad para crecer incluso en terrenos áridos, prácticamente sin la necesidad de tratamientos de fertilización significativos, mientras que al mismo tiempo aseguran altos rendimientos de producción. Aunque las raíces de dichas plantas pertenecientes a la tribu Cardueae contienen cantidades significativas de inulina, aún no se ha desarrollado un proceso industrial para extraerlas de estas de manera eficiente, económica y con un bajo impacto ambiental. Por lo tanto, existe una necesidad de encontrar un nuevo proceso que sea capaz de obtener inulina a partir de las raíces de las plantas pertenecientes a la tribu Cardueae que cumpla con este requisito. A partir de este problema técnico, ahora se ha descubierto sorprendentemente que es posible extraer cantidades significativas de inulina a partir de las raíces de las plantas que pertenecen a la tribu Cardueae mediante un proceso que comprende las etapas de:

a) desmenuzar las raíces para obtener cosetas que tengan un grosor máximo de 1 cm;

b) lixiviar mediante al menos un tratamiento de cavitación la inulina de dichas cosetas en presencia de una disolución acuosa;

c) separar una fase acuosa que contiene inulina y una fase sólida que contiene las cosetas gastadas de la etapa b);

35 d) purificar dicha fase acuosa que contiene inulina;

en donde dichas cosetas se alimentan a dicha etapa de lixiviación b) a temperatura ambiente.

40 En particular, el proceso de acuerdo con esta invención hace posible obtener inulina a partir de las raíces de plantas pertenecientes a la tribu Cardueae con alto rendimiento, haciendo por tanto que este polisacárido esté disponible para aplicaciones posteriores. Gracias a la flexibilidad del método de acuerdo con esta invención, también es posible alterar la calidad, la concentración y la pureza de la inulina obtenida para que se pueda adaptar de la manera más apropiada a las necesidades de los usos posteriores. El proceso de acuerdo con esta invención es particularmente adecuado para extraer inulina de las raíces de plantas que tienen un alto contenido de inulina, preferiblemente de entre 35 y 60 % en peso respecto al peso seco total de las raíces.

45 El proceso de acuerdo con esta invención comienza desde las raíces de plantas que pertenecen a la tribu Cardueae, preferiblemente de las raíces de plantas que pertenecen a la especie *Cynara cardunculus*, que tienen la ventaja de que son capaces de crecer en climas áridos e incluso en condiciones climáticas poco favorables.

50 Dichas plantas, en particular aquellas plantas plurianuales cultivadas de acuerdo con el método descrito en la Solicitud de Patente Italiana N.º 102015000005531 y en la solicitud internacional N.º PCT/EP2016/052487, además, tienen la ventaja adicional de que contienen altas cantidades de inulina respecto tanto al peso total de las raíces como al peso total de la planta, ayudando así a hacer que su uso para obtener inulina sea aún más ventajoso.

Como se mencionó anteriormente, el uso de plantas que pertenecen a la tribu Cardueae como fuente de suministro tiene la ventaja de que estas últimas son plantas que generalmente son capaces de crecer en terrenos áridos incluso en condiciones climáticas desfavorables. Esto, y también dependiendo de las condiciones de cultivo adoptadas,

provoca el crecimiento de raíces particularmente extensas y grandes que penetran el suelo hasta profundidades de incluso más de 2 metros. Además, la inulina se acumula principalmente por las plantas en la parte central y superficial de las raíces, haciéndola así ventajosa en el caso de raíces particularmente extensas y grandes para recolectar solo dicha parte central superficial de las raíces, que corresponde en gran parte a aproximadamente el 60 % en peso respecto al peso total de la raíz.

En el sentido de esta invención, se entiende, por tanto, por materia prima de raíces o bien el cuerpo entero de la raíz de la planta o bien porciones del 60 % o más en peso respecto al peso total de dicho cuerpo entero de la raíz. En una realización preferida, se alimentan porciones de raíz de 60 % o más en peso respecto al peso total de todo el cuerpo de la raíz a la etapa a) del proceso de acuerdo con esta invención.

Antes de alimentarse a la etapa a) del proceso de acuerdo con esta invención, ventajosamente las raíces se someten a uno o más tratamientos preliminares que son adecuados para prepararlos para el desmenuzamiento. En el momento en que se recolectan y transportan las raíces, de hecho, se pueden contaminar por agentes externos que pueden ser de varios tipos, como por ejemplo residuos de biomasa, típicamente hojas, tallos o brotes, piedras, tierra y residuos ferrosos que se originan, por ejemplo, en el equipo utilizado en la recolección. Dichas raíces también pueden contener un contenido de humedad excesivo, que puede influir en la etapa de desmenuzamiento posterior a) en el proceso, dependiendo de los procedimientos operativos utilizados. El proceso de acuerdo con esta invención, por lo tanto, comprende preferiblemente una o más etapas preliminares antes de la etapa a) seleccionadas entre:

(i) poda;

(ii) limpieza y cribado;

(iii) lavado;

(iv) secado.

Estas etapas preliminares se pueden combinar entre sí de diferentes maneras, también dependiendo del método por el cual se recolectan y transportan las raíces. De acuerdo con un aspecto preferido de esta invención, el proceso comprende una o más de dichas etapas preliminares, preferiblemente en el orden indicado anteriormente. Dichas etapas pueden llevarse a cabo utilizando diferentes elementos de equipo o un solo elemento de equipo, o en diferentes partes del mismo elemento de equipo. Para simplificar la descripción, en el resto de la solicitud se hará referencia a las operaciones que se refieren a equipos capaces de llevar a cabo las etapas individuales, entendiéndose sin embargo, que esto también incluirá el procesamiento en un solo elemento del equipo o en diferentes partes del mismo elemento de equipo.

La etapa preliminar de poda (i) está pensada, en particular, para separar cualquier residuo de biomasa, como por ejemplo, hojas, tallos o brotes, que todavía están unidos a las raíces. Dicha etapa de poda se puede realizar utilizando un equipo para eliminar mecánicamente los residuos, como por ejemplo cortadores.

La etapa de limpieza y cribado de las raíces (ii) se realiza normalmente haciendo pasar las semillas a través de tamices vibratorios, sistemas de aspiración o electromagnéticos y permite realizar las operaciones de desverdizado (eliminación de residuos de otras plantas y biomasa vertidos junto con las raíces), eliminación de piedras (extracción de piedras, gravilla y tierra) y extracción de residuos ferrosos originados, por ejemplo, a partir del equipo utilizado durante la recolección.

La etapa de lavado (iii) hace posible extraer hojas verdes, residuos de biomasa, piedras, gravilla y tierra y otros residuos que pueden no haber sido eliminados completamente mediante otros tratamientos, como por ejemplo la etapa de limpieza y cribado de las raíces (ii), con los cuales está ventajosamente asociado o lo reemplaza. Preferiblemente, dicha etapa de lavado se lleva a cabo utilizando agua a temperaturas de 50 °C o inferior para minimizar la disolución y la consiguiente pérdida de inulina durante esta etapa. Ventajosamente, el lavado se puede llevar a cabo sumergiendo las raíces o haciéndolas pasar bajo chorros de agua.

La etapa de secado (iv) hace posible controlar el contenido de agua de las raíces. Esto tiene el objetivo de, por un lado, limitar los fenómenos que degradan las raíces, haciendo así posible un período de almacenamiento más largo, y por otro lado, contribuir al resultado satisfactorio de la siguiente etapa (a); por ejemplo, un contenido de agua demasiado bajo puede dar como resultado una fragmentación excesiva de los cosetas, con la consiguiente formación de polvos.

La etapa de secado normalmente se realiza en equipos conocidos como secadores, que pueden ser verticales u horizontales con cilindros giratorios. El secado se realiza colocando las raíces en contacto con un flujo caliente de gas, generalmente aire, mantenido con un contenido de humedad por debajo del punto de saturación a la temperatura de uso. Preferiblemente, el secado se lleva a cabo utilizando aire seco a temperaturas de 90 °C o inferior, preferiblemente 80 °C o inferior, más preferiblemente 50 °C o superior. Las raíces que se alimentan a la etapa (a) del proceso de acuerdo con esta invención tienen ventajosamente un contenido de agua de 3 a 55 % en peso, preferiblemente de 15 a 50 % en peso, más preferiblemente de 20 a 40 %. Dicho contenido de agua se determina utilizando métodos de análisis conocidos por los expertos en la materia.

Después, las raíces se alimentan a la etapa a) del proceso de acuerdo con esta invención que hace que se desmenucen para producir cosetas que tengan un grosor máximo de 1 cm, preferiblemente 0,5 cm o menos, y más preferiblemente entre 0,5 y 2 mm, con el fin de permitir que se realice la etapa posterior de lixiviación. En el sentido de esta invención, por el término desmenuzamiento se entiende cualquier tratamiento que subdivida y reduzca las raíces en cosetas más pequeñas, como por ejemplo cortar, picar, trocear, cizallar, fragmentar, descamar, triturar o moler las raíces. Las cosetas obtenidas a través de la operación de desmenuzamiento tienen una mayor superficie específica para la etapa posterior de lixiviación b), aumentando la eficiencia y la velocidad de extracción de inulina de las raíces mediante la disolución acuosa. En el sentido de esta invención, el término cosetas significa porciones de raíces como, por ejemplo, partículas, virutas, trozos, fragmentos, escamas o cosetas de cualquier forma que se pueden obtener a través de una operación de desmenuzamiento.

La etapa a) del proceso de acuerdo con esta invención se puede llevar a cabo en cualquier equipo que sea adecuado para subdividir y reducir las raíces de las plantas pertenecientes a la tribu Cardueae en pedazos, como por ejemplo herramientas de corte y herramientas de impacto, por ejemplo, los cortadores comúnmente utilizados para la remolacha azucarera, máquinas de troceado de raíces, molinos de martillos, molinos de rodillos, molinos de cuchillas o generadores de escamas. La operación de desmenuzamiento se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 90 °C o inferior, más preferiblemente de 80 °C o inferior y aún más preferiblemente de 70 °C o superior para limitar el esfuerzo térmico y reducir cualquier fenómeno que degrade la inulina en las raíces.

Preferiblemente, al final de la etapa a) las cosetas se pasteurizan para desactivar las enzimas que degradan la inulina (por ejemplo, inulinasas), para evitar la degradación no deseada de la inulina antes de la lixiviación. Dicho tratamiento de pasteurización también se puede realizar antes de la etapa a), en las raíces antes del desmenuzamiento.

Después de la etapa a), el proceso de acuerdo con esta invención proporciona inulina de las cosetas en presencia de una disolución acuosa para la etapa b) de lixiviación, mediante al menos un tratamiento de cavitación. Dicha etapa b) se puede llevar a cabo en cualquier equipo adecuado para este propósito (conocidos como "cavitadores"), por ejemplo, cavitadores hidrodinámicos, cavitadores ultrasónicos, así como cavitadores estáticos tanto de tipo discontinuo como continuo, y de tipo tanto corriente paralela como contracorriente. Los ejemplos típicos de cavitadores disponibles comercialmente adecuados para usar en la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención son SPR (Shockwave Power Reactor) y cavitadores Biopush. En una realización preferida de la presente invención, la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención se realiza mediante al menos un tratamiento de cavitación hidrodinámica. Alternativamente, la etapa b) se puede realizar mediante una extracción ultrasónica.

Además, la etapa b) del proceso según la presente invención también puede comprender uno o más tratamientos de lixiviación con inulina en presencia de disoluciones acuosas, por ejemplo, utilizando uno o más "difusores", por ejemplo reactores discontinuo o reactores de remezclado continuo, extractores sólido-líquido, tanto de tipo corriente paralela como de tipo contracorriente, funcionando en un ciclo continuo o discontinuo y pueden ser horizontales o verticales, o tanques de inmersión equipados con cintas transportadoras modulares. Los ejemplos típicos de equipos disponibles comercialmente adecuados para usar en la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención son los extractores de rotor horizontal "RT", los extractores de tornillo giratorio inclinado DDS y las torres giratorias verticales.

En una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa b) también se lleva a cabo combinando uno o más tratamientos de cavitación con uno o más tratamientos con difusores como se describe en la presente solicitud.

Con el fin de maximizar el contacto directo entre las cosetas y la disolución acuosa, dicha etapa b) se lleva a cabo ventajosamente en uno o más cavitadores, que también pueden estar dispuestos en grupos o en secuencias dependiendo de la configuración de proceso deseada. Por ejemplo, la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención se puede llevar a cabo utilizando un solo cavitador o dos o más cavitadores colocados en serie. Cuando no se describe explícitamente de otro modo, cuando se hace referencia en esta invención a un tratamiento llevado a cabo en un cavitador, se pretende incluir configuraciones de proceso que comprenden dos o más cavitadores dispuestos en serie.

Cuando el proceso de acuerdo con esta invención se lleva a cabo en modo continuo, la etapa b) también se puede llevar a cabo utilizando dos o más cavitadores, preferiblemente dos o más cavitadores hidrodinámicos de los tipos descritos anteriormente que pueden funcionar simultánea o alternativamente, en serie o en paralelo, lo que hace posible apagar uno de los cavitadores sin interrumpir el proceso.

Dicha operación de lixiviación se lleva a cabo alimentando los cosetas a temperatura ambiente.

También se describe una operación de lixiviación que se lleva a cabo para ayudar a la extracción de inulina precalentando las cosetas, preferiblemente en agua, a temperaturas de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, e incluso más preferiblemente 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, incluso más preferiblemente 70 °C o superior antes de entrar en el cavitador durante un tiempo que es preferiblemente de 5 minutos o menos. Al abrir las células de la planta, el aumento de la temperatura hace posible facilitar el paso de la inulina a la fase líquida, maximizando así el rendimiento de la etapa b) y al mismo tiempo evitando el esfuerzo excesivo en las cosetas, limitando así cualquier fenómeno que degrade la inulina. Con el mismo objetivo de aumentar el rendimiento de la etapa de lixiviación b) en el proceso de acuerdo con esta invención, la etapa se realiza preferiblemente a temperaturas de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, e incluso más preferiblemente 30 °C o superior,

- 5 más preferiblemente 40 °C o superior, incluso más preferiblemente 70 °C o superior. En este caso, el control de la temperatura durante la etapa b) se lleva a cabo, por ejemplo, precalentando la disolución acuosa (que lixivía la inulina de las raíces) y/o utilizando cavitadores provistos de sistemas de control de la temperatura. El uso de temperaturas dentro de los intervalos indicados anteriormente durante la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención también tiene la ventaja adicional de reducir la viscosidad de la disolución acuosa, ayudando así a facilitar el bombeo y aumentando la solubilidad de la inulina en la disolución acuosa. Para aumentar el rendimiento de la lixiviación de las cosetas, antes de la etapa b) y después de la etapa de precalentamiento o durante la etapa b), también se pueden someter a presión a presiones de preferiblemente 5 kg/cm² o menos, por ejemplo mediante prensas de rodillos o calandrias.
- 10 Además de no proporcionar beneficios adicionales para el rendimiento del proceso, las temperaturas de lixiviación mayores que las indicadas anteriormente aumentarían su coste y podrían dar lugar a la formación de subproductos no deseados como resultado de los fenómenos que degradan la inulina y otros componentes de las cosetas.
- El al menos un tratamiento de cavitación en la etapa b) del proceso de acuerdo con la presente invención se realiza preferiblemente a una presión en el intervalo de 0,1 a 3,5 MPa (1 a 35 bar), preferiblemente de 0,1 a 1,8 MPa (1 a 18 bar).
- 15 El al menos un tratamiento de cavitación en la etapa b) del proceso de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo preferiblemente durante un tiempo de menos de 60 minutos, más preferiblemente en el intervalo de 5 a 40 minutos.
- 20 En una realización preferida, la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención se lleva a cabo mediante al menos un tratamiento de cavitación realizado a temperaturas en el intervalo de 30 a 90 °C, preferiblemente de 40 °C a 80 °C, incluso más preferiblemente de 70 a 80 °C, a presiones en el intervalo de 0,1 a 3,5 MPa (1 a 35 bar) y preferiblemente durante un tiempo de menos de 60 minutos, más preferiblemente en el intervalo de 5 a 40 minutos.
- 25 En lo que respecta a la disolución acuosa que se va a utilizar en la etapa b) del proceso de acuerdo con esta invención, además del agua, esta puede contener agentes desinfectantes (para inhibir la acción de cualquier bacteria que pueda deteriorar la inulina), como, por ejemplo, peróxido de hidrógeno, dióxido de azufre, cloro activo, bisulfito de amonio, inhibidores de la fermentación, ácidos o bases para controlar el pH, sales inorgánicas para alterar la fuerza iónica de la disolución y tensioactivos para posiblemente mejorar la humectabilidad de las cosetas. En una realización preferida, la disolución acuosa se caracteriza por tener un pH en el intervalo entre 5 y 9, preferiblemente entre 6 y 8.
- 30 En el proceso de acuerdo con esta invención, la etapa b) se lleva a cabo preferiblemente utilizando hasta 15 partes en peso de una disolución acuosa por parte de cosetas secas, más preferiblemente de 12 a 2 partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas secas, y más preferiblemente de 10 a 3 partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas secas.
- 35 En una realización particularmente preferida del proceso de acuerdo con esta invención, la etapa b) se lleva a cabo preferiblemente tratando las cosetas con al menos un tratamiento de cavitación en el tratamiento de cavitación a temperaturas en el intervalo de 30 a 90 °C, preferiblemente de 40 °C a 80 °C, incluso más preferiblemente de 70 a 80 °C, a presiones en el intervalo de 0,1 a 3,5 MPa (1 a 35 bar) y preferiblemente durante un tiempo de menos de 60 minutos, más preferiblemente en el intervalo de 5 a 40 minutos, más preferiblemente en un cavitador hidrodinámico que utiliza hasta 15 partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas secas, más preferiblemente de 12 a 2 partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas secas, y más preferiblemente de 10 a 3 partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas secas, obteniendo así un rendimiento de lixiviación de inulina respecto a la inulina total presente en las raíces alimentadas al proceso que es más del 90 % en peso, y preferiblemente el 94 % en peso o más.
- 40 El rendimiento de lixiviación de inulina se puede determinar de acuerdo con uno cualquiera de los métodos conocidos por el experto en este propósito, por ejemplo, determinando el contenido de inulina en la fase acuosa obtenida al final de la etapa b).
- 45 Preferiblemente, se utiliza el cromatógrafo de líquidos a alta presión (HPLC, por sus siglas en inglés) equipado con un detector de índice de refracción (IR) para determinar el contenido de inulina. Por ejemplo, una muestra obtenida en la etapa b) se trata, por ejemplo, mediante filtración o cualquier otro tratamiento adecuado para obtener una fase acuosa, y luego se concentra y se pesa. Una muestra de esta mezcla (1 mg) se disuelve en 0,9 ml de H₂SO₄ 0,005 N y 0,1 ml de disolución de DMSO, se filtra (diámetro del poro del filtro: 0,20 µm) y luego se analiza por HPLC después de calibrarlo utilizando un estándar de referencia.
- 50 Después la etapa b) de lixiviación, el proceso de acuerdo con esta invención proporciona a etapa c) con el fin de separar la fase acuosa que contiene inulina de la fase sólida que contiene las cosetas agotadas. En el sentido de esta invención, por fase sólida también se entiende suspensiones, lodos (conocidos como "fango") y cualquier fracción que tenga una densidad suficientemente alta para separarse de un sobrenadante.
- 55 La etapa c) del proceso de acuerdo con esta invención se puede llevar a cabo de acuerdo con cualquier medio conocido por los expertos en la técnica para separar una fase sólida de una fase líquida, por ejemplo mediante filtración, centrifugación, sedimentación, decantación, prensado, aplastamiento o utilizando cualquier combinación de estos métodos. Dicha separación se puede realizar en otro equipo diferente al que se utiliza en la etapa b), o en el mismo equipo. Por ejemplo, cuando la etapa b) del proceso se lleva a cabo en un cavitador hidrodinámico continuo,

la separación de la fase acuosa que contiene inulina de la fase sólida que contiene las cosetas gastadas tiene lugar típicamente al final del cavitador, por ejemplo, utilizando un decantador centrífugo que descarga la fase sólida que se separa y permite que la fase acuosa fluya.

5 La fase acuosa separada durante la etapa c) del proceso de acuerdo con esta invención tiene un contenido de inulina que, dependiendo entre otras cosas de la cantidad inicial de inulina en las raíces y la cantidad de agua utilizada en la etapa de lixiviación, típicamente se encuentra entre 3 y 20 %, preferiblemente hasta 18 % en peso, en condiciones ideales preferiblemente entre 6 y 12 % en peso de inulina, mientras que la fase sólida que contiene las cosetas usadas también tiene un contenido de agua de 70 % o menos, preferiblemente 60 % en peso o menos.

10 Con el fin de evitar la precipitación de la inulina de las disoluciones acuosas presentes durante las diversas etapas del proceso de acuerdo con esta invención, dichas disoluciones acuosas se calientan ventajosamente y se mantienen a una temperatura igual o mayor que la temperatura a la cual la concentración de inulina presente está por debajo de su solubilidad a esa temperatura.

15 Con el fin de maximizar el rendimiento del proceso, la fase sólida separada durante la etapa c) se trata preferiblemente para recuperar al menos algo del agua y la inulina presentes en ella. Esto se puede someter a una etapa de prensado mecánico, que se lleva a cabo ventajosamente utilizando una o más prensas de diversos tipos, que son preferiblemente continuas. Dicha operación puede realizarse alimentando la fase sólida a temperatura ambiente, o con el fin de facilitar la recuperación de agua e inulina, precalentando dicha fase sólida a temperaturas preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente de 80 °C o inferior, e incluso más preferiblemente 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, incluso más preferiblemente 70 °C o superior. El aumento de la presión generada durante esta etapa puede dar lugar a un aumento de la temperatura interna. Por lo tanto, las prensas pueden estar provistas de sistemas de enfriamiento que evitan un aumento excesivo de la temperatura que podría tener un efecto adverso en la calidad de la inulina.

20

25 En una realización preferida de esta invención, al final de dicha etapa de prensado, la fase sólida de la que se ha recuperado al menos parte del agua y la inulina tiene un contenido de agua de 50 % o menos, más preferiblemente de 40 % en peso o menos.

30 Con el fin de aumentar el rendimiento de la lixiviación de inulina de las cosetas, la etapa b) y la etapa c) del proceso de acuerdo con la presente invención se realizan preferiblemente más de una vez, reciclando al menos parcialmente la salida de un primer tratamiento de cavitación a al menos un segundo tratamiento de cavitación, preferiblemente realizado en el mismo equipo en el que se ha realizado el primer tratamiento de lixiviación, sometiéndolo opcionalmente a una separación intermedia de la fase acuosa que contiene inulina de la fase sólida que contiene las cosetas agotadas, y agregando ventajosamente una nueva disolución acuosa para restaurar, durante el segundo tratamiento de cavitación, la cantidad seleccionada de partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas secas.

35 En una realización adicional, una porción de la fase sólida obtenida al final de la etapa c) del proceso de acuerdo con la presente invención se recicla preferiblemente a la etapa b) para ser sometida nuevamente a un tratamiento de cavitación, mezclándose ventajosamente con una corriente nueva de cosetas

En tal configuración, por ejemplo, el primer tratamiento de lixiviación se puede realizar combinando al menos un tratamiento de cavitación con tratamientos de lixiviación por medio de difusores, o combinando dos tratamientos de cavitación.

40 La fase sólida obtenida al final de la etapa c) del proceso de acuerdo con esta invención, que puede o no haberse sometido a la operación de prensado descrita anteriormente, se puede utilizar después para diversos fines, como, preferiblemente, la recuperación de energía a través de la combustión, la producción de biogás, la producción de piensos para animales, o la producción de compuestos orgánicos. En una realización preferida de esta invención, dicha fase sólida se envía a un proceso de pretratamiento para obtener múltiples compuestos orgánicos como azúcares y ligninas. Las tecnologías pueden ser tecnologías de explosión de vapor con o sin pretratamientos de lavado en entornos ácidos, básicos o neutros, como por ejemplo aquellos descritos en la solicitud de patente WO 2010/113129, WO 2012/042497 y WO 2012/042545 o procesos en un entorno alcalino como, por ejemplo, los descritos en las etapas b) a d) de la solicitud de patente italiana NO2012A000002 o la solicitud de patente WO2013/139839. La fase líquida separada de la fase sólida por la operación de prensado obtenida al final de la etapa c) también contiene inulina disuelta y se agrupa preferiblemente con la fase acuosa separada de la etapa c) para la siguiente etapa d) del proceso de acuerdo con esta invención.

45

50

55 En la etapa d) del proceso de acuerdo con esta invención, la fase acuosa que contiene inulina sufre uno o más tratamientos de purificación. Dependiendo del uso final para el cual se destine la inulina, dichos tratamientos de purificación se seleccionan preferiblemente del grupo que comprende: concentración por evaporación de parte del agua presente, tratamiento de carbonatación, tratamiento con una disolución acuosa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (depurador) preferiblemente seguido de carbonatación, cristalización, centrifugación, filtración, microfiltración, nanofiltración, ultrafiltración, liofilización, ósmosis, sedimentación, refinación o cualquier técnica que sea adecuada para separar un sólido de un líquido y sus combinaciones. Estos tratamientos de purificación pueden combinarse de varias maneras, lo que también depende de la calidad de la inulina y de la manera en que se desea obtenerla para usos posteriores.

De acuerdo con un aspecto preferido de esta invención, el proceso comprende uno o más de dichos tratamientos de purificación, más preferiblemente seleccionados del grupo que comprende la concentración por evaporación de parte del agua, filtración, microfiltración, nanofiltración, ultrafiltración y ósmosis.

5 En lo que respecta a la concentración a través de la evaporación de agua, esto se lleva a cabo preferiblemente en condiciones para que no se degrade y/o hidrolice la inulina presente. En una realización preferida, dicha concentración se lleva a cabo mediante evaporación de múltiples etapas, que puede ser de corrientes paralelas o contracorriente, con un número de etapas igual a 3 o más, preferiblemente entre 4 y 6. Preferiblemente, los tratamientos de evaporación de múltiples etapas se llevan a cabo con corrientes paralelas, a fin de limitar la formación de subproductos.

10 En lo que respecta al tratamiento con una disolución acuosa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, también conocido como depurador, esto tiene el objeto de eliminar sustancias externas (no azúcares) antes de las etapas posteriores de procesamiento. En dicho tratamiento, la fase acuosa se mezcla con la disolución acuosa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (también conocida como lechada de cal), que puede provocar la descomposición de las bases que contienen nitrógeno presentes con la consiguiente liberación de NH_3 gaseoso y también la precipitación, típicamente en forma coloidal, de muchas impurezas como, por ejemplo, aniones sulfato, fosfato, citrato u oxalato, que precipitan como sus correspondientes sales de calcio, y
 15 sustancias orgánicas tales como proteínas, saponinas y pectinas. Preferiblemente, cuando se lleva a cabo, el depurado se lleva a cabo a un pH de 10 o más, más preferiblemente a pH 10 a 11,5, y a temperaturas de 90 °C o inferior, más preferiblemente de 85 °C o inferior, e incluso más preferiblemente 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, incluso más preferiblemente 70 °C o inferior. En una realización preferida de la presente invención, tal tratamiento se realiza utilizando hidróxido de calcio al 0,2 % para material extraído o 0,4 % de óxido de calcio
 20 equivalente para jugo prensado. Al finalizar el tratamiento de depuración, se obtiene un lodo que comprende precipitados y coloides y una fase acuosa que contiene inulina que se separa posteriormente, preferiblemente por filtración. Con el fin de facilitar la filtración después del depurado, se realiza preferiblemente un tratamiento de carbonatación inyectando un gas rico en CO_2 , preferentemente por burbujeo, lo que provoca la precipitación de la lechada de cal (formando $\text{CaCO}_{3(s)}$) que a su vez espesa el lodo. Dicha etapa de carbonatación se lleva a cabo de tal
 25 manera que se mantenga el pH en valores bajos, preferiblemente de 9 o superior. Una vez que se ha realizado la carbonatación, la fase sólida se separa de la fase líquida que contiene la inulina. Esta separación puede realizarse utilizando uno cualquiera de los medios conocidos por los expertos en la técnica para separar una fase sólida de una fase líquida, por ejemplo, mediante filtración, centrifugación, sedimentación, decantación o utilizando cualquier combinación de estos métodos.

30 Los subproductos obtenidos durante dichos tratamientos de purificación, como por ejemplo la fase sólida separada durante la depuración, pueden tratarse adicionalmente para recuperar cualquier inulina que todavía esté presente en la misma, preferiblemente reciclándolos en etapas adecuadas de este proceso, o a su vez, se pueden utilizar para recuperar otros componentes o como productos secundarios del proceso.

35 En una realización preferida, al final del proceso de acuerdo con esta invención, la inulina está en forma de disolución acuosa saturada obtenida por al menos un tratamiento de evaporación de parte de agua presente en la fase acuosa al final de la etapa c) del proceso. De esta manera, la inulina se puede usar directamente como materia prima para las reacciones subsiguientes para la síntesis de monómeros e intermediarios químicos de valor añadido como, por ejemplo, HMF, ácido 2,5-furandicarboxílico, tal como está o convertido en fructosa a través de una hidrólisis química o enzimática. Alternativamente, y de acuerdo con la necesidad de almacenamiento y uso posterior, la inulina se puede
 40 recuperar por precipitación, típicamente reduciendo la temperatura y posteriormente separando el sólido de las aguas madre de acuerdo con cualquiera de los métodos conocidos para el propósito, por los expertos en el arte.

Dependiendo del uso final de la inulina obtenida por el proceso de acuerdo con la presente invención, se puede realizar un tratamiento de purificación y fraccionamiento adicional.

45 De hecho, la inulina resultante puede tratarse con resinas de intercambio catiónico y aniónico para desmineralizarla y decolorarla, eliminando así los metabolitos secundarios. El fraccionamiento cromatográfico por exclusión de tamaño generalmente produce dos fracciones: fructooligosacáridos de cadena corta con mono y disacáridos, y una fracción de alta dp. El fraccionamiento también se puede lograr utilizando baja temperatura o precipitación con etanol de la fracción de alto peso molecular o utilizando ultra y nanofiltración. Después, el jarabe clarificado se puede concentrar más en un aparato adecuado, por ejemplo, a 90 °C y de 0,06 a 0,005 MPa (600 a 50 mbar), y la inulina se puede
 50 precipitar nuevamente utilizando un 10 % en volumen de etanol respecto a la disolución extraída.

La Figura 1 muestra una realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención que comprende una o más etapas de pretratamiento, una etapa de desmenuzamiento (etapa a)), dos tratamientos de cavitación (etapa (b)) intercalados por una separación parcial intermedia (etapa c)), una etapa de separación final (etapa c)) de la fase acuosa que contiene inulina de la fase sólida que contiene las cosetas agotadas, y una etapa de purificación (etapa
 55 d)).

La invención se ilustrará ahora a través de ejemplos que tienen un propósito ilustrativo y no restringen la invención.

Ejemplos

Método HPLC-RI para el análisis de inulina

El análisis de HPLC se llevó a cabo en un cromatógrafo equipado con detector de IR y una columna Rezex ROA-ácido orgánico H+ (8 %) 300x7,8 mm. Se utilizó una disolución de H₂SO₄ 0,005N a un caudal de 0,6 ml/min como fase móvil. La temperatura de la columna se fijó a 65 °C.

Ejemplo 1 (comparativo)

5 Se alimentaron 10 kg de raíces de *Cynara cardunculus* que primero se habían limpiado y secado hasta llegar a un contenido de 16 % en peso de agua, conteniendo un 40 % en peso de inulina (respecto al peso húmedo total), a 25 °C en un molino de cuchillas CUMBERLAND (modelo 812, 4 kW) funcionando a 1450 rpm, obteniéndose cosetas con un grosor aproximado de 1,5 mm.

10 Dichas cosetas se alimentaron a un reactor discontinuo de remezcla que contenía 57 litros de agua (pH aproximadamente 7) precalentado a 80 °C. El sistema se mantuvo agitado (40 rpm) y se termostató a 70 °C durante un tiempo de 1 hora, obteniendo un rendimiento de lixiviación de inulina respecto al contenido total de inulina presente en las raíces del 94 % en peso (determinado por HPLC en una porción de la disolución acuosa obtenida separando la disolución acuosa de las cosetas no prensadas mediante centrifugación) al final de dicho tratamiento.

15 Las cosetas y la disolución acuosa de lixiviación se separaron (a una temperatura de 70 °C) utilizando una centrifuga de canasta NUOVA SARA (modelo Edy Minor de 28 litros) (diámetro 350 mm) funcionando a 1400 rpm para separar 51,5 kg de fase acuosa y 15,5 kg de fase sólida (cosetas gastadas).

20 La fase sólida, que todavía contenía 5,8 % de inulina y 65,8 % de agua, se lavó con 4 kg de agua y luego se sometió a presión a 80 °C y 5 kg/cm² utilizando una prensa de semilla de uva con un rendimiento de 9,8 kg de fase acuosa que contiene 4,4 % de inulina, que se combinó con la fase acuosa separada al final de la lixiviación para su posterior purificación, y 9,7 kg de la fase sólida prensada que contenía 50 % de agua y trazas despreciables de inulina residual.

25 Después, se filtró una porción de 5,7 kg de la fase acuosa que se originó en la etapa de lixiviación mantenida a 65 °C y que contiene 5,8 % en peso de inulina, en un filtro de papel para eliminar las impurezas sólidas suspendidas. Después, el filtrado obtenido de esta manera se concentró por evaporación a vacío (T = 90 °C, presión = 0,045 MPa (450 mbar) reducida progresivamente a 0,015 MPa (150 mbar)) en un Rotavapor hasta que se eliminó el 80 % en peso del agua. Posteriormente, la disolución concentrada obtenida de esta manera se cristalizó, recuperando aproximadamente 0,316 kg de inulina, que corresponde a un rendimiento total del proceso de inulina respecto al total de inulina presente en las raíces de 85 %.

Ejemplo 2

30 Se alimentaron 6,3 kg de raíces de *Cynara cardunculus* que primero se habían limpiado y secado hasta llegar a un contenido de 6 % en peso de agua, que contiene un 38,4 % en peso de inulina (respecto al peso húmedo total) a 25 °C en un molino de cuchillas CUMBERLAND (modelo 812, 4 kW) funcionando a 1450 rpm, obteniéndose cosetas con un grosor aproximado de 1,5 mm.

35 Dichas cosetas se alimentaron gradualmente a un tanque agitado (10 rpm) que contenía 20 litros de agua (pH aproximadamente 7). La disolución fue bombeada por una bomba lobular en un reactor de cavitación (tecnología SPR, 3 m³/h, 0,11 a 0,33 MPa (1 a 3 barg), 37 kW) (condiciones de operación 0,5 m³/h, 0,1 a 0,3 MPa (1 a 3 bar)) y luego se recicló durante un tiempo de 46 minutos. Las raíces en agua alcanzaron la concentración final de 23,9 % en peso después de 28 minutos, obteniéndose un rendimiento de lixiviación de inulina respecto al contenido total de inulina presente en las raíces de 97,9 % en peso (determinado por HPLC en una porción de la disolución acuosa obtenida separando la disolución acuosa de las cosetas no prensadas mediante centrifugación) al final de dicho tratamiento.

40 Las cosetas y la disolución acuosa de lixiviación se separaron (a una temperatura de 70 °C) utilizando una centrifuga de canasta NUOVA SARA (modelo Edy Minor de 28 litros) (diámetro 350 mm) funcionando a 1400 rpm para separar 13,0 kg de fase acuosa y 13,3 kg de fase sólida (cosetas gastadas).

45 La fase sólida, que todavía contenía aproximadamente 8,0 % de inulina y 65,7 % de agua, se lavó con 16 kg de agua y luego se sometió a presión a 80 °C y 5 kg/cm² utilizando una prensa de semillas de uva con un rendimiento de 22 kg de fase acuosa que contiene 3,9 % de inulina, que se combinó con la fase acuosa separada al final de la lixiviación para su posterior purificación, y 7,3 kg de la fase sólida prensada que contiene 50 % de agua y trazas despreciables de inulina residual.

50 Después, se filtró una porción de 5 kg de la fase acuosa que se originó en la etapa de lixiviación mantenida a 65 °C y que contiene 6,4 % en peso de inulina, en un filtro de papel para eliminar las impurezas sólidas suspendidas. Después, el filtrado obtenido de esta manera se concentró por evaporación a vacío (T = 90 °C, presión = 0,045 MPa (450 mbar) reducida progresivamente a 0,015 MPa (150 mbar)) en un Rotavapor hasta que se eliminó el 80 % en peso del agua. Posteriormente, la disolución concentrada obtenida de esta manera se cristalizó, recuperando aproximadamente 0,311 kg de inulina, correspondiente a un rendimiento total del proceso de inulina respecto al total de inulina presente en las raíces del 90%.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para obtener inulina a partir de raíces de plantas que pertenecen a la tribu Cardueae, que comprende las etapas de:
- a) desmenuzar dichas raíces para obtener cosetas que tienen un grosor máximo de 1 cm;
 - 5 b) lixiviar inulina mediante al menos un tratamiento de cavitación, de dichas cosetas en presencia de una disolución acuosa;
 - c) separar de la etapa b) una fase acuosa, que contiene inulina, y una fase sólida, que contiene cosetas consumidas;
 - d) purificar dicha fase acuosa que contiene inulina;
- 10 en donde dichas cosetas se alimentan a dicha etapa de lixiviación b) a temperatura ambiente.
2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende antes de la etapa a) una o más etapas de pretratamiento de dichas raíces, seleccionadas del grupo que consiste en:
- (i) poda;
 - (ii) limpieza y cribado;
 - 15 (iii) lavado;
 - (iv) secado.
3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en el que dicha etapa a) se realiza a una temperatura igual o menor que 90 °C.
4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicha etapa b) se realiza a una temperatura igual o menor que 90 °C.
- 20 5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicha etapa b) se realiza en un cavitador hidrodinámico.
6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicha etapa b) se realiza a una presión en el intervalo de 0,1 a 3,5 MPa (1 a 35 bar).
- 25 7. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que dicha etapa b) se lleva a cabo durante un tiempo menor que 60 minutos.
8. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que dicha etapa b) se realiza con una disolución acuosa que tiene un pH en el intervalo de 5 a 9.
- 30 9. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que dicha etapa b) se realiza utilizando hasta 15 partes en peso de disolución acuosa por parte de cosetas.
10. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que dicha etapa c) se realiza mediante una o más operaciones seleccionadas del grupo que consiste en filtración, centrifugación, sedimentación, decantación, prensado, trituración o cualquier combinación de las mismas.
- 35 11. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la fase acuosa separada de la etapa c) muestra un contenido de inulina comprendido entre 3 y 18 % en peso y la fase sólida separada de la etapa c) muestra un contenido de agua igual o menor de 70 % en peso.
- 40 12. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que dicha etapa d) se realiza mediante uno o más tratamientos seleccionados del grupo que consiste en: carbonatación, defecación, cristalización, centrifugación, filtración, microfiltración, nanofiltración, ultrafiltración, liofilización, ósmosis, decantación, refinación y combinaciones de los mismos.

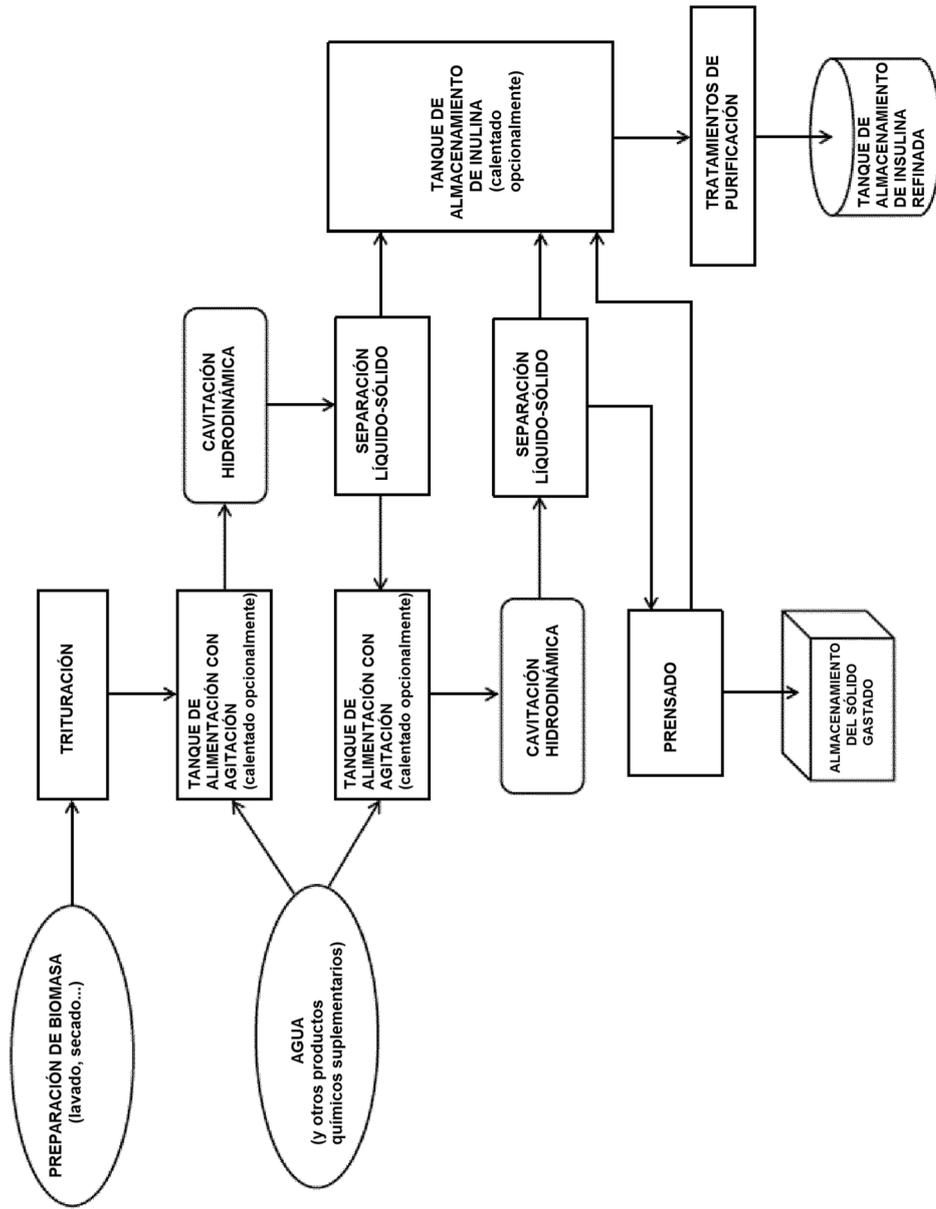


FIG. 1