

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 418 447**

21 Número de solicitud: 201200058

51 Int. Cl.:

C07H 1/08 (2006.01)

C07H 7/033 (2006.01)

C07H 13/02 (2006.01)

A23L 1/308 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

23.01.2012

43 Fecha de publicación de la solicitud:

13.08.2013

Fecha de la concesión:

05.03.2014

45 Fecha de publicación de la concesión:

12.03.2014

73 Titular/es:

UNIVERSIDADE DE VIGO (100.0%)
Campus Universitario s/n
36310 Vigo (Pontevedra) ES

72 Inventor/es:

RIVAS SIOTA , Sandra;
GULLÓN ESTÉVEZ , Patricia;
GULLÓN ESTÉVEZ , Beatriz;
ALONSO GONZÁLEZ , José Luis y
PARAJÓ LIÑARES , Juan Carlos

54 Título: **Procedimiento para la obtención de sacáridos bifidogénicos a partir de las hemicelulosas de madera de Pinus pinaster**

57 Resumen:

La presente invención, titulada "Procedimiento para la obtención de sacáridos bifidogénicos a partir de las hemicelulosas de madera de Pinus pinaster", reivindica un procedimiento aplicable a la producción, purificación y aplicación de productos derivados de las hemicelulosas de la madera de pino, obtenidos mediante hidrólisis parcial por vía química en medio acuoso. Las etapas de procesamiento incluyen extracción (opcional) con disolventes o agua en condiciones que no causen una degradación significativa de las hemicelulosas, procesamiento hidrotérmico de la madera o de la fase sólida resultante de la anterior extracción (para convertir el glucomanano en sacáridos de carácter polimérico u oligomérico, que son el objeto de esta invención), y purificación (opcional) de estos productos por procedimientos físicos o químico-físicos. Se reivindica la utilización de las fracciones conteniendo sacáridos derivados del glucomanano como ingredientes alimentarios con propiedades bifidogénicas, aplicables en la nutrición humana y en la alimentación animal.

ES 2 418 447 B1

DESCRIPCIÓN**Procedimiento para la obtención de sacáridos bifidogénicos a partir de las hemicelulosas de madera de *Pinus pinaster*****Sector de la técnica**

5 La invención plantea la aplicación de técnicas básicas de la Química y de la Ingeniería Química (reacción química, operaciones de concentración y separación) al desarrollo de un proceso para la obtención de productos con valor comercial a partir de las hemicelulosas de la madera de *Pinus pinaster*. Por las aplicaciones de los productos finales y por tratarse del desarrollo de un proceso químico, el objeto de esta patente
10 también está relacionado con áreas de la técnica como la Tecnología de los Alimentos, Ingeniería de los Alimentos e Ingeniería de Procesos.

Estado de la técnica

15 Las hemicelulosas de determinados tipos de biomasa vegetal contienen polímeros denominados mananos, formados (al menos, en parte) por unidades estructurales de D-manopiranosas unidas entre sí (o con otros azúcares), que pueden presentar patrones de sustitución complejos. Información detallada en la estructura de mananos (incluyendo el homopolímero y heteropolisacáridos como galactomanano, rico en unidades galactosa; glucomanano, rico en unidades glucosa y galactoglucomanano,
20 que posee abundancia de sustituyentes galactosa y glucosa) puede encontrarse en el siguiente artículo: Ebringerova A, Hromádková Z, Heinze T (2005) Adv. Polym. Sci. 186: 1–67. En él se indica cómo la naturaleza química de estos polímeros (incluyendo tipo y proporción de unidades estructurales, patrón de sustitución y grado de polimerización) dependen del tipo de materia prima que se considere.

25 En el caso de los galactomananos, algunos productos comerciales (como los obtenidos a partir de algarroba, de goma de guar y de semillas de *Trigonella foenum-graecum*) tienen aplicaciones en la industria alimentaria como espesantes, como agentes para retener agua y como agentes para mejorar la textura.

30 En otro tipo de glucomananos, la cadena principal está formada por secuencias de unidades estructurales de D-manopiranosas y D-glucosa, que pueden estar acetiladas. El glucomanano más comúnmente empleado en la industria alimentaria (como agente gelificante, emulsificador y modificador reológico) procede de los tubérculos de konjac (*Amorphophallus konjac*), en el que la relación glucosa a manosa es aproximadamente 1 a 1.6, portando un grupo acetilo por cada aproximadamente seis unidades de glucosa.

Uno de los fundamentos de la presente invención se basa en la evidencia bibliográfica y experimental de que las maderas de frondosas poseen glucomanano acetilado (con baja sustitución por galactosa) como constituyente principal, aunque sus características estructurales (en particular, el tipo y abundancia relativa de unidades
 5 estructurales y sustituyentes, además del peso molecular) son diferentes a las del glucomanano de konjac. En base a ello, desarrollar aplicaciones alimentarias para compuestos derivados de las hemicelulosas de madera de pino (conteniendo manosa, glucosa y sustituyentes tales como galactosa, grupos acetilo y ácidos urónicos) exige los siguientes pasos: a) producción de los compuestos de interés a partir de madera de pino,
 10 por ejemplo por vía hidrolítica; b) purificación de los compuestos de interés y c) confirmación experimental de las propiedades de éstos. Cada una de estas etapas se consideran a continuación

Según la bibliografía, el procesamiento en medio acuoso de la madera de abeto o pino (empleando agua, vapor o microondas como elementos de calefacción) conduce a
 15 la reducción del peso molecular de los mananos, convirtiéndolos en productos solubles. Información más detallada sobre estos aspecto puede encontrarse en los artículos: Palm M., Zacchi, G. *Biomacromol.* 4: 617-623 (2003); y González-Muñoz, M. J.; Alvarez, R.; Santos, V.; Parajó, J. C. *Wood Sci. Technol.* : d.o.i.:10.1007/s00226-011-0408-0 (2011). Los productos derivados de hemicelulosas de pinos americanos obtenidos en
 20 industrias de tableros de fibra se han caracterizado recientemente en el siguiente artículo: Price, N. P. J.; Hartman, T. M.; Faber, T. A.; Vermillion, K. E.; Fahey, G. C. J. *Agric. Food Chem.* 59: 1854–1861 (2011),

De la información contenida en las anteriores referencias se constata que el procesamiento con agua, y en particular, con agua caliente comprimida (autohidrólisis o
 25 tratamiento hidrotérmico) o vapor, realizada en condiciones experimentales adecuadas, puede conducir a la generación de productos solubles derivados del glucomanano, con naturaleza química de sacáridos de naturaleza oligomérica o polimérica (aquí denotados PDM), que constituyen el foco de esta invención.

La purificación de productos solubles obtenidos por hidrólisis de mananos ha sido
 30 considerada en la bibliografía para algunos casos específicos. En el artículo: Nunes, F. M.; Reis, A.; Domingues, M. R. M.; Coimbra, M. A. *J. Agric. Food Chem.* 54: 3428-3439 (2006) se describe el procesamiento de galactomananos obtenidos a partir de granos de café por medio de precipitación con etanol, cambio iónico y separación cromatográfica. En la patente china: Wu, Z.; He, J. ref. 412194 A 20030423 (2003) se

procesan galactomananos por extracción con disolventes, tratamiento con mananasa a pH controlado, calentamiento, filtración y spray-drying.

En relación con evidencias bibliográficas de propiedades prebióticas de PDM obtenidos, se han publicado trabajos que se basan en la utilización de mananos de konjac. Así, hidrolizados enzimáticos de glucomanano de konjac han mostrado capacidad para estimular el crecimiento de microorganismos probióticos (incluyendo *Lactobacillus acidophilus*, *Lactobacillus casei* y *Bifidobacterium adolescentis*), según se describe en el siguiente artículo: Al-Ghazzewi, F. H.; Khanna, S.; Tester, R. F.; Piggott, J. J. *Sci. Food Agric.* 87: 1758-1766 (2007). Adicionalmente, cabe citar que en el artículo: Matsuura, Y. *J. Nutr. Sci. Vitaminol.* 44: 423-436 (1998) se ha confirmado la fermentabilidad del glucomanano de konjac por bacterias presentes en heces fecales humanas, obteniéndose en las fermentaciones determinados ácidos orgánicos (fórmico, acético, propiónico y butírico) que se asocian a efectos prebióticos. En relación con PDM derivados de maderas, se ha reclamado actividad prebiótica en compuestos obtenidos a partir de hemicelulosas de pinos americanos (*Pinus taeda*, *Pinus elliotii*, *Pinus echinata* y *Pinus palustris*) en la patente: Hopkins, A. C.; Lehtinen, T. A.; Lowe, M. W.; Wang, X.; Killam, W. Hays. *US. Appl. Publ. US 20090304852* (2009). El mismo tipo de PDM se han empleado como suplemento para la alimentación animal en el siguiente artículo: Faber, T. A.; Hopkins, A. C.; Middelbos, I. S.; Price, N. P.; Fahey, G. C., Jr. *J. Anim. Sci.* 89: 103-112 (2011). La digestibilidad *in vitro* de PDM en medios conteniendo heces de perro ha sido objeto del siguiente artículo: Faber, T. A.; Bauer, L. L.; Price, N. P.; Hopkins, A. C.; Fahey, G. C. Jr. *J. Agric. Food Chem.* d.o.i 10.1021/jf103737y (2011).

Sobre las bases citadas en los párrafos anteriores, y en base a resultados experimentales que se incluyen en la siguiente sección, en esta invención se confirma la viabilidad de obtener PDM por procesamiento hidrotérmico de madera de pino, se definen procedimientos para la purificación de los PDM y se confirman las propiedades prebióticas (en particular, bifidogénicas) de los PDM purificados.

30 Descripción detallada de la invención

El proceso considerado consiste en someter madera de pino a una secuencia de etapas de procesamiento, según el Proceso que se describe a continuación.

El Proceso, destinado a la obtención de PDM a partir de madera de pino, consta de: A) una etapa (opcional) de extracción, llevada a cabo con disolventes orgánicos (como éter

etílico, éter de petróleo, hexano, acetato de etilo, diclorometano, etanol o metanol) o agua (en que la temperatura de operación no exceda de 140 °C, a fin de evitar la solubilización de fracciones significativas de hemicelulosas, que se desea conservar en fase sólida). El objetivo de esta etapa es eliminar compuestos extraíbles que de otro modo aparecerían como contaminantes de los PDM que se generan en etapas subsiguientes. Opcionalmente, la extracción puede llevarse a cabo en presencia de ultrasonidos, para mejorar la transferencia de materia. B) una etapa de procesamiento hidrotérmico, en la que la fracción sólida obtenida en la etapa anterior se trata con agua caliente comprimida (en el intervalo de temperaturas comprendido entre 150 y 220 °C, durante un período de hasta 2 horas) para convertir el glucomanano del sustrato en PDM. C) Purificación de los PDM (opcional). Dado el carácter no selectivo de la reacción química, el medio de reacción puede contener compuestos no deseados (por ejemplo, lignina soluble, compuestos nitrogenados, monosacáridos y furanos), que pueden separarse del medio aplicando Operaciones Básicas. El Proceso contempla la posibilidad de realizar etapas (opcionales) de procesamiento de Ingeniería Química (tales como evaporación, atomización, liofilización, procesamiento con membranas, extracción, precipitación, adsorción, cambio iónico o cromatografía). Las etapas opcionales de tratamiento con membranas pueden incluir utilización de membranas de distinto tamaño de corte, para proporcionar fracciones de diferente peso molecular promedio. D) Acondicionamiento de los PDM. El proceso también puede incluir una o varias etapas (opcionales) de tratamiento con enzimas (mananases) para reducir el grado de polimerización promedio de los PDM. Cabe hacer notar que como subproducto de la etapa hidrotérmica se obtiene un sólido (la fracción de madera no solubilizada) conteniendo lignina y celulosa, que puede utilizarse como combustible o como sustrato para la hidrólisis enzimática de la celulosa, con el fin de lograr un aprovechamiento integral de la materia prima.

Un posible modo de realización del Proceso se describe en el Ejemplo que se incluye a continuación.

Ejemplo. Se partió de muestras de madera de *Pinus pinaster Ait* (recogido en la región de Maceda, Ourense), que se analizó por las normas que se citan a continuación: cenizas, norma TAPPI T 211 cm-93; extractos, norma TAPPI T-264-cm-97; hidrólisis ácida (para convertir los polisacáridos en azúcares), norma TAPPI T-249-cm-85; lignina, como residuo insoluble tras la anterior hidrólisis ácida cuantitativa; celulosa y sustituyentes acetilo, a partir de los licores de la hidrólisis ácida cuantitativa, por

determinación CLAR-IR de glucosa y ácido acético, empleando una columna BioRad Aminex HPX-87H eluida con H_2SO_4 0.003 M; hemicelulosas (y azúcares constituyentes de éstas) a partir de los licores de la hidrólisis ácida cuantitativa, por determinación CLAR de manosa, galactosa y xilosa, empleando una columna BioRad HPX87P eluida

5 con agua; y ácidos urónicos según se describe en el siguiente artículo: Blumenkrantz, N.; Asboe-Hansen, G. *Anal. Biochem.* 54: 484 - 489 (1973). Los análisis arrojaron los resultados siguientes (expresados como porcentaje en peso de madera de pino seco al horno): extractos, 2.84%; cenizas, 0.28%; celulosa, 39.2; lignina de Klason, 28.5 %; manosa en hemicelulosas, 10.5 %; xilosa en hemicelulosas, 4.30 %; galactosa en

10 hemicelulosas, 2.39 %; arabinosa en hemicelulosas, 1.71 % grupos acetilo, 1.40 %; sustituyentes urónicos, 4.04 %. El resto de los componentes de la madera (lignina insoluble en ácido, proteínas, etc.) no se determinaron, ya que carecen de relevancia para los fines de este ejemplo. Se realizó una extracción acuosa de muestras de madera molida en un reactor presurizado, empleando una relación másica agua/madera seca de

15 8/1 kg/kg, hasta alcanzar una temperatura de 130 °C. Tras alcanzar esta temperatura, el medio reaccionante se enfrió, y se descartaron los licores (que contenían fundamentalmente productos extraíbles, sin valor para los fines de este Ejemplo). Los sólidos resultantes se mezclaron con agua (utilizando la misma relación másica agua/sustrato que en el caso anterior), y se sometieron a tratamiento hidrotérmico en un

20 reactor discontinuo presurizado, manteniendo el medio de reacción a 175 °C durante 26 minutos, para convertir el glucomanano en PDM. Tras enfriar el medio de reacción, se separaron las fases sólida y líquida. Los sólidos se emplaron como sustratos para la acción de celulasas, a fin de medir su digestibilidad enzimática, y con ello, su viabilidad como sustrato para la producción de medios fermentativos a base de glucosa. La

25 hidrólisis enzimática de los sólidos obtenidos en la etapa de autohidrólisis se llevó a cabo siguiendo el método descrito en el siguiente artículo: Vázquez, D.; Lage, M. A.; Parajó, J. C.; Alonso, J. L., *Appl. Biochem. Biotechnol.* 37: 123-129 (1992). El análisis CLAR del medio de reacción (empleando los métodos citados con anterioridad para el análisis de las madera sin tratar) tras 24 y 48 horas de hidrólisis enzimática demostró la

30 presencia glucosa, confirmando la susceptibilidad del sólido a la hidrólisis enzimática. Los productos de reacción (y en particular, los sacáridos de naturaleza oligomérica o polimérica) presentes en la fase líquida procedente de la etapa de autohidrólisis se caracterizaron por los siguientes métodos: a) determinación de solutos no volátiles por secado en estufa a 105 °C hasta peso constante; b) análisis de monosacáridos, ácido

acético y ácidos urónicos, empleando los métodos descritos con anterioridad para el análisis de la madera sin tratar; c) cuantificación de sacáridos oligoméricos y poliméricos y sustituyentes de los mismos a través de hidrólisis total y cuantificación de los monómeros resultantes, analizando licores sometidos a una posthidrólisis ácida según se describe en el artículo: Garrote, G.; Domínguez, H.; Parajó, J. C. J. Chem. Technol. Biotechnol. 74: 1101-1109 (1999), y analizando los licores obtenidos por los mismos métodos aplicados para el análisis de la madera sin tratar; y d) realizando un análisis por MALDI-TOF para confirmar la estructura química y la distribución de pesos moleculares de las especies químicas que forman los PDM, empleando las condiciones descritas en el siguiente artículo: Gullón, P.; González-Muñoz, M. J.; van Gool, M.; Schols, H.; Hirsch, J.; Ebringerova, A.; Parajó, J. C. J. Agric. Food Chem. 58: 3632-3641 (2010). Los licores presentaron un contenido de componentes no volátiles (CNV) de 0.024 kg/kg de licor, con contenidos en ácidos urónicos, glucosa, xilosa, galactosa, arabinosa, manosa y ácido acético en el intervalo 0.012-0.070 kg/kg CNV. La fracción de oligosacáridos y polímeros contenía compuestos formados por unidades estructurales de glucosa (0.092 kg/kg CNV), xilosa (0.114 kg/kg CNV), galactosa (0.103 kg/kg CNV), arabinosa (0.007 kg/kg CNV) y manosa (0.378 kg/kg CNV), con sustituyentes acetilo (en cantidad de 0.056 kg/kg CNV) y urónicos (0.030 kg/kg CNV). Los resultados de MALDI-TOF confirmaron la naturaleza oligomérica de los principales productos de reacción, compuestos de estructuras formadas por pentosas y hexosas con evidencias de sustitución (en ocasiones múltiple) por ácidos urónicos y grupos acetilo, que se distribuían fundamentalmente en compuestos con grados de polimerización en el intervalo 2-15. Estas estructuras genéricas corresponden a los PDM que centran el foco de la presente invención. Con fines de purificación, los licores procedentes de la etapa hidrotérmica se sometieron a filtración a través de una membrana de 5 kDa de tamaño de corte, según el procedimiento descrito en el siguiente artículo: Gullón, P.; Salazar, N.; Muñoz, M. J. G.; Gueimonde, M.; Ruas-Madiedo, P.; de los Reyes-Gavilán, C.G.; Parajó, J.C. BioResources 6:3096-3114 (2011). La etapa de concentración se realizó hasta obtener una relación de concentración de volúmenes (“volume concentration ratio” VCR, definida como el cociente entre el volumen inicial y el volumen final) de 9, obteniéndose un retenido y un permeado (Permeado 1). Se añadió agua al retenido hasta obtener el mismo volumen inicial, y se realizó una nueva etapa de concentración a través de la misma membrana, de nuevo hasta alcanzar una VCR de 9, obteniéndose un permeado (Permeado 2) y un retenido (Retenido 1). Los

Permeados 1 y 2 se unieron, para obtener una disolución que se denomina Permeado 1 + 2. Se procedió a analizar el Retenido 1, aplicando los mismos procedimientos analíticos empleados en la caracterización de los licores hidrotérmicos. Se determinó un contenido en CNV de 0.039 kg/kg CNV, con contenidos en monosacáridos individuales y ácido acético por debajo de 0.004 kg/kg CNV, y con contenidos en unidades estructurales que forman parte de oligo- o poli- sacáridos de 0.137, 0.033, 0.107, 0.003, 0.600 y 0.003 kg/kg CNV correspondientes a glucosa, xilosa, galactosa, arabinosa y manosa, respectivamente. Adicionalmente, se determinaron contenidos de 0.075 y 0.013 kg/kg CNV de sustituyentes acetilo y urónicos, respectivamente. El Retenido 1 se liofilizó para obtener la muestra PDM1, que se empleó en ensayos posteriores para evaluar su poder bifidogénico. El Permeado 1 + 2 se sometió a nanofiltración discontinua a través de una membrana de 1 kDa de tamaño de corte según se describe en el artículo: Gullón, P.; Salazar, N.; Muñoz, M. J. G.; Gueimonde, M.; Ruas-Madiedo, P.; de los Reyes-Gavilán, C.G.; Parajó, J.C. *BioResources* 6: 3096-3114 (2011), hasta alcanzar una VCR de 9. Se añadió agua al retenido hasta restaurar el volumen inicial, y la disolución resultante se sometió de nuevo a nanofiltración a través de la misma membrana, hasta alcanzar una VCR de 7.65. La fracción retenida (Retenido 2) se analizó por los mismos procedimientos aplicados con anterioridad al Retenido 1, llegándose a resultados similares a los ya comentados (en este caso, concentración de CNV de 0.030 kg/kg, concentraciones muy limitadas de monosacáridos y ácido acético, componentes fundamentales sacáridos oligoméricos compuestos mayoritariamente por manosa, cuya concentración ascendió a 0.560 kg/kg NVC). Se concluyó que el Retenido 1 poseía una composición muy parecida a la del Retenido 2, y que la única diferencia relevante entre ellos era la distribución de grados de polimerización, fruto del fraccionamiento por tamaño que corresponde a los distintos tamaños de poro de las membranas. El Retenido 2 se liofilizó para obtener la muestra PDM2, que se empleó en ensayos posteriores para evaluar su poder bifidogénico. Las muestras PDM1 y PDM2 se emplearon como fuentes de carbono para cultivos con heces fecales, empleando las condiciones recogidas en el siguiente artículo: Gullón, B.; Gullón, P.; Sanz, Y.; Alonso, J.L.; Parajó, J.C. *LWT - Food Sci. Technol.* 44: 1687-1696 (2011). Las fermentaciones se siguieron a través de consumo de sustrato, recuentos celulares y generación de ácidos grasos, siguiendo los métodos citados en este estudio. Además, se llevó a cabo la cuantificación de bifidobacterias por FISH (*Fluorescent in situ hybridization*), aplicando el método

descrito en el siguiente artículo: Gullón, B.; Gullón, P.; Sanz, Y.; Alonso, J.L.; Parajó, J.C. LWT - Food Sci. Technol. 44: 1687-1696 (2011).

Los experimentos confirmaron la viabilidad de PDM1 y PDM2 como fuentes de carbono para la proliferación de bacterias intestinales, ya que ambos sustratos se consumieron de modo prácticamente total en 48-72 h, con un patrón de proliferación celular típico (fase “lag” seguida de rápido crecimiento y posterior fase estacionaria). En ambos sustratos, la fase de crecimiento rápido cursó con una destacable generación de ácidos orgánicos (ácido acético y ácidos grasos de cadena corta), que evidenció la capacidad prebiótica de los sustratos. Los datos de FISH mostraron porcentajes crecientes de bifidobacterias respecto al total de bacterias a lo largo de todas las fermentaciones, confirmando el potencial prebiótico de PDM1 y PDM2.

REIVINDICACIONES

1) Procedimiento para la obtención de productos derivados del manano de carácter oligomérico o polimérico a partir de madera pino, que comprende las siguientes etapas:

- 5 a) Extracción opcional de la madera de pino con disolventes orgánicos como éter etílico, éter de petróleo, hexano, acetato de etilo, diclorometano, etanol o metanol, o con agua caliente a temperatura inferior a 140 °C. La extracción puede realizarse en presencia de ultrasonidos.
- 10 b) Tratamiento de madera de pino sin tratar o del material sólido obtenido en la etapa a) con agua caliente comprimida a temperatura comprendida entre 150 y 220 °C por un periodo de hasta 4 horas en un reactor presurizado, al final del cual se separan los sólidos de la fase acuosa, para obtener sacáridos solubles derivados del manano, en forma de oligómeros o polímeros, que presentan cadenas principales de tipo lineal compuestas por unidades de glucosa y
- 15 manosa unidas por enlaces glicosídicos, sustituidas parcialmente con grupos acetilo y ácidos urónicos.
- 20 c) Purificación opcional de los productos solubles derivados del manano de carácter oligomérico o polimérico presentes en la fase acuosa, a través de operaciones tales como evaporación, atomización, liofilización, procesamiento con membranas, extracción, precipitación, adsorción, cambio iónico o cromatografía.
- 2) Uso de los productos derivados del manano de carácter oligomérico o polimérico obtenidos según reivindicación 1, como ingredientes prebióticos con capacidad bifidogénica para la alimentación animal o humana.



- ②① N.º solicitud: 201200058
②② Fecha de presentación de la solicitud: 23.01.2012
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WO 2009152089 A2 (TEMPLE INLAND et al.) 17.12.2009, todo el documento y, en particular párrafos nº 10,28,25,32,41,46; reivindicaciones.	1,2
A	US 2006182708 A1 (BOCKMUHL DIRK et al.) 17.08.2006, todo el documento.	1,2
A	LUNDQVIST J et al. Characterization of galactoglucomannan extracted from spruce (<i>Picea abies</i>) by heat-fractionation at different conditions. CARBOHYDRATE POLYMERS, 20030201 APPLIED SCIENCE PUBLISHERS, LTD. BARKING, GB 01.02.2003 VOL: 51 No: 2 Págs: 203-211 ISSN 0144-8617 Doi:10.1016/S0144-8617(02)00111-X, todo el documento.	1,2

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
10.05.2013

Examinador
A. Maquedano Herrero

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C07H1/08 (2006.01)

C07H7/033 (2006.01)

C07H13/02 (2006.01)

A23L1/308 (2006.01)

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

C07H, A23L

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

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 10.05.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1, 2	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1, 2	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	WO 2009152089 A2 (TEMPLE INLAND et al.)	17.12.2009
D02	US 2006182708 A1 (BOCKMUHL DIRK et al.)	17.08.2006
D03	LUNDQVIST J et al. Characterization of galactoglucomannan extracted from spruce (<i>Picea abies</i>) by heat-fractionation at different conditions. CARBOHYDRATE POLYMERS, 20030201 APPLIED SCIENCE PUBLISHERS, LTD. BARKING, GB 01.02.2003 VOL: 51 No: 2 Págs: 203-211 ISSN 0144-8617 Doi:10.1016/S0144-8617(02)00111-X, todo el documento.	01.02.2003

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La solicitud reivindica un procedimiento para obtener productos derivados del manano de carácter oligomérico o polimérico a partir de madera de pino.

El procedimiento comprende una etapa opcional de extracción con disolventes de la madera de pino. Los disolventes pueden ser orgánicos o incluso agua caliente. Posteriormente la madera sin tratamiento previo o el producto resultante de la extracción opcional anterior se trata con agua caliente a presión en un reactor presurizado. Al final de esta etapa se separan los sólidos de la fase acuosa para obtener sacaridos solubles (oligómeros o polímeros) derivados del manano y que contienen unidades de glucosa y manosa unidas mediante enlaces glicosídicos.

El procedimiento puede finalizar aquí o comprender otra fase opcional de purificación mediante técnicas bien conocidas en el estado de la técnica como evaporación, liofilización, atomización, etc.

La solicitud reivindica asimismo el uso de los productos obtenidos mediante este procedimiento como ingredientes prebióticos con capacidad bifidogénica para la alimentación animal o humana.

D01-D03 representan el estado de la técnica anterior. De ellos, se considera D01 como el más cercano.

D01 describe una composición prebiótica compuesta por unidades de glucosa, lactosa y galactosa obtenida a partir de una fuente rica en lignocelulosa. Uno de los posibles orígenes que se cita en D01 es la madera de pino. Los derivados sacarídicos pueden ser monosacáridos, oligosacáridos o polisacáridos. La composición se utiliza como ingrediente prebiótico en alimentación animal o humana.

El procedimiento de obtención de los derivados sacarídicos en D01 incluye la extracción del material de partida utilizando agua como disolvente, mediante explosión de vapor y posterior descompresión.

Tanto la solicitud como D01 se plantean el mismo problema de obtener derivados sacarídicos con actividad bifidogénica a partir de madera de pino. En ambos casos utilizan para la extracción del material de partida agua caliente comprimida. En cuanto al uso que reivindica la solicitud, coincide totalmente con el descrito en D01.

Por todo ello, se considera que las reivindicaciones 1 y 2 de la solicitud no cumplen el requisito de novedad en el sentido del artículo 6.1 de la Ley 11/1986, ni el de actividad inventiva en el sentido del artículo 8.1 de la Ley 11/1986.