

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 437 849**

51 Int. Cl.:

**C11B 7/00** (2006.01)

**C11B 3/16** (2006.01)

**C11C 3/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.09.2008 E 08829341 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.11.2013 EP 2213712**

54 Título: **Método de separación de triglicérido 1,3-disaturado 2-insaturado**

30 Prioridad:

**07.09.2007 JP 2007232567**

**04.03.2008 JP 2008053465**

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

**14.01.2014**

73 Titular/es:

**THE NISSHIN OILLIO GROUP, LTD. (100.0%)  
23-1, SHINKAWA 1-CHOME CHUO-KU  
TOKYO 104-8285, JP**

72 Inventor/es:

**ARIMOTO, SHIN;  
UEHARA, HIDETAKA;  
SUGANUMA, TOMOMI;  
TSUCHIYA, KINYA y  
NEGISHI, SATOSHI**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 437 849 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**

Método de separación de triglicérido 1,3-disaturado 2-insaturado

**Campo técnico de la invención.**

5 La presente invención que está definida en las reivindicaciones se refiere a métodos de fraccionamiento y producción de grasas y aceites en los que disminuye la concentración de grasa XXX y/o diglicérido XX.

**Antecedentes de la invención.**

10 La mantequilla incluyendo mantequilla de cacao es muy usada en alimentos tales como productos de confitería que implican productos de chocolate y panadería, productos farmacéuticos, cosméticos o similares. La mantequilla mencionada consiste principalmente en triglicéridos que tienen un enlace insaturado en una molécula tal como 1,3-dipalmitoil-2-oleil glicerol (POP), un triglicérido que tiene un grupo oleil en la posición segunda y cada uno de los grupos de un grupo palmitoil y un grupo estearoil (POS), y 1,3-diestearoil-2-oleil glicerol (SOS). Además, también se conocen los triglicéridos que tienen dos enlaces insaturados en una molécula tal como 1,3-diestearoil-2-linoleil glicerol (SLS) que tiene buena calidad como un agente temperante de chocolate.

15 Generalmente, estos triglicéridos se pueden obtener como grasas y aceites naturales que contienen tal(es) compuesto(s), por ejemplo aceite de palma, manteca de karité, grasa de shala y manteca de illipe; o como sus aceites fraccionados.

20 Además, triglicéridos distintos de los obtenidos como aceites y grasas fraccionadas y aceites tales como aceite de palma, manteca de karité, grasa de shala, y manteca de illipe, se propone que tales triglicéridos también se pueden obtener mediante el método que comprende las etapas de reaccionar lipasa 1,3-selectiva con grasas y aceites específicos; y transesterificarlas para producir los triglicéridos (bibliografía de patentes 1 a 5).

25 En cada uno de los métodos anteriores, el fraccionamiento se lleva a cabo para obtener un producto final (bibliografía de patentes 6 a 16). Sin embargo, se desea proporcionar métodos de fraccionamiento y producción de grasas y aceites más eficaces y más adecuados industrialmente que son ricos en un triglicérido (grasa XOX) que tiene un resto de ácido graso insaturado sobre cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo oleil sobre la posición segunda.

Bibliografía de patente 1: JP-A 55-071797

Bibliografía de patente 2: JP-B 03-069516

Bibliografía de patente 3: JP-B 06-009465

Bibliografía de patente 4: WO96/10643

30 Bibliografía de patente 5: WO03/000832

Bibliografía de patente 6: WO2005/063952

Bibliografía de patente 7: WO2004/029185

Bibliografía de patente 8: JP-B 01338696

Bibliografía de patente 9: JP-B 02013113

35 Bibliografía de patente 10: JP-B 02042375

Bibliografía de patente 11: JP-A 63-258995

Bibliografía de patente 12: JP-B 02056898

Bibliografía de patente 13: JP-A 02-080495

Bibliografía de patente 14: JP-B 03588902

40 Bibliografía de patente 15: JP-A 11-080776

Bibliografía de patente 16: JP-A 2004-123839

45 La patente de EEUU 4 594 259 A describe composiciones que comprenden un componente graso que tiene, en peso del componente graso: (a) al menos aproximadamente 70% de triglicéridos SOS; (b) de aproximadamente 4 a aproximadamente 20% de triglicéridos combinados SUU/UUU/SLS; (c) aproximadamente 8% o menos de triglicéridos SLS; (d) aproximadamente 9,5% o menos de triglicéridos SSO; (e) aproximadamente 2,5% o menos de

triglicéridos SSS; y (f) aproximadamente 4% o menos de otros glicéridos; en donde S es esteárico (St) o palmítico (P); y U es oleico (O) o linoleico (L). Estas composiciones de confitería preferentemente comprenden un componente de sabor que contiene un sabor a chocolate, para formar composiciones de chocolate. Scott K Spear et al, Green Chemistry, Royal Society of Chemistry, Cambridge, RU, n° 9, 24 de mayo de 2007, páginas 1008-1015, XP002660057 describe el uso de ésteres de ácido graso de bajo peso molecular tal como Soy Gold como un sustituto adecuado para disolventes volátiles.

### Descripción de la invención.

El objeto de la presente invención es proporcionar un método para producir eficazmente una composición de grasa y aceite que comprende menos contenido de un triglicérido que consiste solo en restos de ácido graso insaturado o un diglicérido que consiste solo en restos de ácido graso saturado.

La presente invención se ha completado en base al descubrimiento de que los problemas anteriores se pueden solucionar mediante un método que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden una cantidad específica de grasa XOX y/o grasa XLX en presencia de una cantidad específica de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y enfriando la mezcla para precipitar cristales.

La presente invención también se ha completado en base al descubrimiento de que los problemas anteriores se pueden solucionar mediante un método que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden una cantidad específica de grasa XOX y/o grasa XLX en presencia de una cantidad específica de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y enfriar la mezcla con agitación para precipitar cristales.

La presente invención también se ha completado en base al descubrimiento de que los problemas anteriores se pueden solucionar mediante un método que comprende las etapas de calentar y disolver una cantidad específica de triglicéridos que comprende grasa XOX y/o grasa XLX en presencia de una cantidad específica de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y después enfriar la mezcla, y eliminar por cristalización un triglicérido (grasa XXX) que consiste solo en restos de ácido graso saturado y/o un diglicérido (XX) que consiste solo en restos de ácido graso saturado; y después cristalizar más el reactivo.

Concretamente, la presente invención proporciona un método para producir grasas y aceites, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de un triglicérido (grasa XOX) que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo oleil en la posición segunda en los triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y después enfriar la mezcla para precipitar cristales y llevar a cabo separación sólido-líquido.

La presente invención también proporciona un método para producir grasas y aceites, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos (grasa XLX) que comprenden de 20 a 60% de masa de un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo linoleil en la posición segunda en los triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y después enfriar la mezcla para precipitar cristales y llevar a cabo separación sólido-líquido.

La presente invención también proporciona un método para producir triglicéridos en donde la concentración de grasa XXX y/o diglicérido XX disminuye, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de XOX y/o grasa XLX en los triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y después enfriar la mezcla y eliminar por cristalización grasa XXX y/o diglicérido XX; y enfriar más el reactivo con agitación para cristalizar grasa XOX y/o XLX; y llevar a cabo separación sólido-líquido.

La presente invención también proporciona un método para producir grasas y aceites en donde la concentración de grasa XXX y/o diglicérido XX disminuye, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de grasa XOX y/o grasa XLX en los triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y después enfriar la mezcla y eliminar por cristalización un triglicérido (grasa XXX) que consiste solo en restos de ácido graso saturado y/o un diglicérido XX que consiste solo en restos de ácido graso saturado.

Según la presente invención, se puede obtener un polimorfismo del cristal más estable (forma  $\beta$  en el caso de grasa XOX) haciendo que un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular coexista con triglicéridos que comprenden una cantidad específica de grasa XOX y/o grasa XLX comparado con el polimorfismo del cristal que se obtiene en ausencia de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular (forma  $\gamma$  o forma  $\beta'$  en el caso de grasa XOX). Por lo tanto, hay ventajas al posibilitar disminuir el tiempo de cristalización de grasas y aceites que son ricas en grasa XOX (o grasa XLX); y, se mejora tanto la estabilidad como el rendimiento de un contenido sólido así obtenido por cristalización. Además, ya que los cristales del polimorfismo del cristal más estable crecen y endurecen fácilmente, es posible obtener cristales cuya capacidad de filtrar es alta y mejorar la fluidez. Particularmente, cuando la cristalización se lleva a cabo con agitación, la fluidez mejora significativamente, y no solo hace que se vuelva más fácil de verter una disolución en un filtro de compresión sino que también mejora la pureza de la grasa XOX y/o grasa XLX. Además, se mejora la eficacia de la fragmentación de la torta sólida de cristalización. Además, mejora la

5 eficacia de la fragmentación de la torta sólida de cristalización. Además, la fluidez de la torta de cristalización mejora significativamente debido a la presencia de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular antes de la filtración por compresión, y no solo lo hace más fácil de verter una disolución en un filtro de prensa sino que también aumenta la proporción entre el éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular en una parte líquida que existe en la parte sólida obtenida. Además es posible obtener la ventaja de que la pureza de la grasa XOX y/o grasa XLX en grasas y aceites mejore eliminando el éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular después de eso. Además, la grasa XXX y diglicérido XX que ambos afectan adversamente a los cristales de chocolate se pueden eliminar por cristalización de grasa XOX después de eliminar grasa XXX y diglicérido XX. Además de esto, también tiene la ventaja de que los cristales de grasa XOX y/o grasa XLX que tienen buena capacidad para filtrarse se pueden preparar y la pureza de la grasa XOX y/o grasa XLX mejora. Por lo tanto, el método de producción de la presente invención se puede usar muy preferentemente como el método de fraccionamiento de manteca que tiene buena calidad como un equivalente de la manteca de cacao (EMC).

10 Además, es posible producir eficazmente composiciones de grasa y aceite que contienen menos contenido de un triglicérido que consiste solo en restos de ácidos grasos saturados o un diglicérido que consiste solo en restos de ácidos grasos saturados mediante el uso de las técnicas de la presente invención. Así, la propiedad antiempañamiento de las composiciones de grasa y aceite mejora y, particularmente, es posible producir eficazmente aceite de cocinado o similar que tenga buena propiedad a baja temperatura.

Mejor modo de llevar a cabo la invención.

20 En triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de un triglicérido (grasa XOX y/o grasa XLX) que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo oleil y/o un grupo linoleil en la posición segunda en los triglicéridos totales, los restos de ácidos grasos saturados preferentes son los que tienen de 16 a 18 átomos de carbono; más preferentemente un grupo estearoil, grupo palmitoil o grupo behenoil; y particularmente preferente un grupo estearoil en cada posición primera y tercera.

25 Los triglicéridos usados en la presente invención preferentemente comprenden de 30 a 60% de masa (y más de 35 a 55% de masa) de grasa XOX, y particularmente preferente de 30 a 50% de masa de SOS; de 20 a 50% de masa de SOO; y de 3 a 15% de masa de OOO. Aquí, S indica un grupo estearoil, y O indica un grupo oleil.

30 Los triglicéridos usados en la presente invención pueden ser restos de destilación obtenidos por transesterificación de un triglicérido que tiene un grupo oleil en la posición segunda con un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular (que incluye el caso del uso de un ácido graso en sí mismo) y después destilación. Más específicamente, se pueden obtener por el método que comprende las etapas de añadir un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular a grasas y aceites crudos tal como trioleilglicerol, parte de manteca de karité con punto de fusión bajo (por ejemplo valor de yodo de 70 a 80), aceite de girasol rico en oleico, aceite de colza rico en oleico y pobre en linolénico, aceite de cártamo rico en oleico, aceite de palma y aceite de palma fraccionado; además actuando la lipasa 1,3-selectiva tal como lipasa *Rhizopus*, lipasa *Aspergillus*, lipasa *Mucor*, lipasa pancreática y lipasa de salvado de arroz para llevar a cabo la transesterificación; y después destilar el reactivo y eliminar el material crudo que no reacciona, subproductos de ácidos grasos tal como ácido oleico o sus ésteres de alquilo de bajo peso molecular.

35 Los ésteres de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular usados en la presente memoria preferentemente son ésteres de alcohol de ácido graso saturado de bajo peso molecular que tienen de 16 a 22 átomos de carbono, y particularmente preferente ésteres con alcoholes que tienen de 1 a 6 átomos de carbono. Particularmente, es preferente metanol, etanol o isopropilo alcohol, y etanol es más preferente entre ellos.

40 El grado de utilización (proporción molar) de un triglicérido que tiene un grupo oleil en la posición segunda por un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular es preferentemente 1/2 o menos, y particularmente preferente de 1/2 a 1/30.

45 En triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de un triglicérido (grasa XLX) que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo linoleil en la posición segunda, los restos de ácidos grasos saturados son los que tienen preferentemente de 16 a 22 átomos de carbono; más preferentemente un grupo estearoil, grupo palmitoil o grupo behenoil; y particularmente preferente un grupo estearoil en cada una de las posiciones primera y tercera.

50 Los triglicéridos usados en la presente invención preferentemente comprenden de 30 a 60% de masa (y más de 35 a 55% de masa) de grasa XLX, y particularmente preferente de 30 a 50% de masa de SLS, de 20 a 50% de masa de SLL; y de 3 a 15% de masa de LLL. Aquí, S indica un grupo estearoil, y L indica un grupo linoleil.

La grasa XLX se puede producir por el mismo método que el de la grasa XOX excepto que se use un triglicérido que tiene un grupo linoleil en la posición segunda en vez de un triglicérido que tiene un grupo oleil en la posición segunda.

55 La lipasa 1,3-selectiva es preferentemente *Rhizopus delemar* o *Rhizopus oryzae* de *Rhizopus* sp.

Ejemplos de estas lipasas incluyen Picantase R8000 (un producto de Robin) y lipasa F-AP 15 (un producto de Amano Enzyme Inc.). La lipasa más preferente es lipasa DF "Amano" 15-K (también llamada lipasa D) que deriva de *Rhizopus oryzae*, un producto de Amano Enzyme Inc. Este producto es una lipasa en polvo. Al mismo tiempo, DF "Amano" 15-K se describió previamente como deriva de *Rhizopus delemar*.

5 Las lipasas usadas en la presente memoria pueden ser las obtenidas por secado de una disolución acuosa de lipasa que contiene el componente del medio de la lipasa, o similar. Como lipasas en polvo, es preferente el uso de las que son esféricas y cuyo contenido de agua es 10% de masa o menos. Es particularmente preferente usar una lipasa en polvo en la que el 90% de masa o más tiene un tamaño de partícula de 1 a 100  $\mu\text{m}$ . También es preferente usar una lipasa en polvo que se produce mediante el método que comprende la etapa de secar por pulverizado una disolución  
10 acuosa de lipasa cuyo pH se ajusta de 6 a 7,5.

También es preferente usar una lipasa en polvo granulada (también llamada una lipasa en polvo) que se produce mediante el método que comprende las etapas de granular la lipasa anterior con polvo de soja y pulverizarla.

Como polvo de soja usado en la presente memoria, es preferente usar la que tiene un contenido de grasa de 5% de masa o más. Como el polvo de soja en el que el contenido de grasa es 5% de masa o más, es más preferente que el  
15 contenido de grasa sea 10% o más, y es aún más preferente que sea 15% de masa o más. Por otro lado, es preferente que el contenido de grasa sea 25% de masa o menos. Particularmente, polvo de soja en el que el contenido de grasa es de 18 a 23% de masa.

Ejemplos de grasas incluyen triglicéridos de ácido graso y sus análogos. El contenido de grasa de semillas de soja se puede medir fácilmente por el método tal como extracción Soxhlet y similar.

20 Como tal polvo de soja, es posible usar polvo de soja con toda la grasa. También es posible usar leche de soja como una materia prima de polvo de soja. El polvo de soja se puede producir machacando semillas de soja según el método ordinario, y el tamaño de partícula es preferentemente alrededor de 0,1 a 600  $\mu\text{m}$ . El tamaño de partícula se puede medir por el mismo método que el tamaño de partícula de una lipasa en polvo.

25 La cantidad usada de polvo de soja por lipasa es preferentemente de 0,1 a 200 veces la masa estándar, más preferentemente de 0,1 a 20 veces, y lo más preferente de 0,1 a 10 veces.

Para una lipasa en polvo, el contenido de agua es preferentemente de 10% de masa o menos, y particularmente preferente de 1 a 8% de masa. El tamaño de partícula de una lipasa en polvo puede ser opcional, y el 90% de masa o más de una lipasa en polvo preferentemente tiene un tamaño de partícula de 1 a 100  $\mu\text{m}$ . El tamaño medio de partícula es preferentemente de 10 a 80  $\mu\text{m}$ . Además, es preferente que la forma de una lipasa es polvo sea  
30 esférica.

El tamaño de partícula de una lipasa en polvo se puede medir, por ejemplo, por el uso de un analizador de distribución del tamaño de partícula (LA-500) de HORIBA, Ltd.

Para la reacción de transesterificación, la reacción se puede llevar a cabo según el método ordinario, es decir, añadiendo la lipasa anterior a una materia prima que comprende un triglicérido que tiene un grupo oleil en la  
35 posición segunda y/o grasa XLX y un éster de alquilo de ácido graso saturado de bajo peso molecular. En tal caso, es preferente llevar a cabo la reacción de transesterificación en las condiciones de 0,01 a 10 partes en peso (preferentemente 0,01 a 2 partes en peso y más preferentemente 0,1 a 1,5 partes en peso) de la lipasa por 100 partes en peso de la materia prima a la que se añade, de 35 a 100°C (preferentemente de 35 a 80°C, y más preferentemente de 40 a 60°C), durante 0,1 a 50 horas (preferentemente de 0,5 a 30 horas, y más preferentemente de 1 a 20 horas). La reacción preferentemente se lleva a cabo por el método de lotes. La temperatura de reacción puede ser opcional solo si es a la temperatura a la que grasas y aceites, que son sustratos de la reacción, se disuelven y tienen una actividad enzimática. El tiempo de reacción más adecuado cambia dependiendo de la cantidad de aditivo de enzima, temperatura de reacción, o similar.

45 Después de la transesterificación, la materia prima sin reaccionar, un subproducto de ácido oleico o los ésteres de alquilo de bajo peso molecular se eliminan por destilación del reactivo para obtener triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa y preferentemente de 30 a 60% de masa de un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo oleil en la posición segunda (grasa XOX) y/o un grupo linoleil en la posición segunda (grasa XLX) en los triglicéridos totales, que se usan como materia prima en la presente invención.

50 En la presente invención, cuando se lleva a cabo transesterificación, se permite dejar de 1 a 30% de masa (preferentemente de 4 a 25% de masa, y más preferentemente de 7 a 23% de masa) de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular en un resto de destilación que comprende triglicéridos que comprende de 20 a 60% de masa y preferentemente de 30 a 60% de masa de un triglicérido (grasa XOX) que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo oleil en la posición segunda (y/o grasa XLX) en los triglicéridos totales, mediante el uso de una cantidad en exceso de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular y destilar el reactivo. Además, también se permite eliminar una materia prima sin reaccionar (incluyendo un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular), un subproducto de ácido oleico o sus  
55

ésteres de alquilo de bajo peso molecular lo más posible mediante destilación; y añadir nuevamente un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular a triglicéridos que comprende de 20 a 60% de masa y preferentemente de 30 a 60% de masa de un triglicérido (grasa XOX) que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un grupo oleil en la posición segunda (y/o grasa XLX) en los triglicéridos totales, de modo que el éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular supone de 1 a 30% de masa (preferentemente de 4 a 25% de masa, y más preferentemente de 7 a 23% de masa).

Un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular nuevamente añadido no está particularmente limitado, y preferentemente ésteres de alcohol de bajo peso molecular de ácidos grasos que tienen de 16 a 22 átomos de carbono, y particularmente preferentes ésteres de ácidos grasos saturados y alcoholes que tienen de 1 a 6 átomos de carbono. Particularmente es preferente metanol, etanol o alcohol isopropilo, y entre ellos etanol es más preferente.

En la presente invención, es preferente producir grasas y aceites mediante el método que comprende las etapas de disolver triglicéridos así preparados que comprenden una cantidad específica de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular por calentamiento hasta la temperatura a la que todos se disuelven uniformemente (por ejemplo, 50°C o más alto, y preferentemente de 50 a 70°C); manteniendo el reactivo a la misma temperatura inmediatamente después de la disolución o durante un tiempo específico (por ejemplo, de 0,5 a 2 horas); después enfriando a temperatura ambiente o más baja (por ejemplo, 26°C o más baja, preferentemente de 15 a 26°C, y más preferentemente de 18 a 22°C) para precipitar un contenido sólido que es rico en grasa XOX; y llevar a cabo la separación sólido-líquido para obtener dichos triglicéridos. Además, también es preferente mantener el reactivo a temperatura específica (por ejemplo, de 26 a 35°C, y preferentemente de 26 a 28°C) durante un tiempo específico (por ejemplo, de 0,5 a 5 horas, y preferentemente de 1 a 3 horas) antes de enfriar a temperatura ambiente o más baja para precipitar un contenido sólido que es rico en grasa XOX. Al mismo tiempo, para grasa XLX, la temperatura de enfriamiento es preferentemente 20°C o más baja, y más preferentemente de 5 a 15°C.

Los procesos anteriores desde disolución por calentamiento a enfriamiento se pueden llevar a cabo con agitación y/o en parada. Este método hace posible obtener triglicéridos en los que el contenido de grasa XOX (y/o grasa XLX) es 65% de masa o más, y preferentemente 70% de masa o más. Según el método, especialmente, es posible acortar el tiempo de cristalización de grasas y aceites que son ricos en grasa XOX (y/o grasa XLX); y, se mejora tanto la estabilidad como el rendimiento de un contenido sólido obtenido por cristalización. Además de esto, también tiene la ventaja de que se pueden obtener cristales que tienen buena capacidad de filtración y mejora la pureza de grasa XOX (y/o grasa XLX). Además, el método que comprende las etapas de hacer un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular comprendido; y enfriar el reactivo con agitación, se puede obtener una sustancia cristalizada que tiene fluidez, y sus cristales tienen buena capacidad de filtración. Así, ya que se hace más fácil llevar a cabo la separación sólido-líquido, es posible obtener la ventaja de incrementar el contenido de grasa XOX (y/o grasa XLX).

En la presente invención, el contenido sólido que es rico en grasa XOX (y/o grasa XLX) precipita por el método que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden una cantidad específica de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular, y enfriar. En tales procesos, es preferente producir triglicéridos que son ricos en grasa XOX (y/o grasa XLX) por el método que comprende las etapas de cristalizar grasa XXX o diglicérido XX a la temperatura a la que la grasa XOX (y/o grasa XLX) apenas cristaliza (por ejemplo 26 a 35°C, y preferentemente 26 a 28°C), y eliminarlo por separación; después enfriar el reactivo a temperatura ambiente o más baja (por ejemplo, 25°C o más baja), o calentar el reactivo de nuevo (por ejemplo, 50°C o más alto, y preferentemente de 50 a 70°C) y después enfriarlo a temperatura ambiente o más baja (por ejemplo, 25°C, o más bajo) para precipitar un contenido sólido que es rico en grasa XOX (y/o grasa XLX); y llevar a cabo separación sólido-líquido a tal contenido sólido para obtener dichos triglicéridos. Además, también es preferente mantener el reactivo a temperatura específica (por ejemplo, 26 a 35°C, y preferentemente 26 a 28°C) durante un tiempo específico (por ejemplo, de 0,5 a 5 horas, y preferentemente de 1 a 3 horas) después de eliminar grasa XXX o diglicérido XX por separación y antes de enfriar el reactivo a temperatura ambiente o más baja para precipitar un contenido sólido que es rico en grasa XOX (y/o grasa XLX). Según este método que comprende la etapa de hacer un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular comprendido, el contenido de grasa XOX (y/o grasa XLX) es alto, y mejora la estabilidad del contenido sólido obtenido por cristalización. Además de esto, también tiene la ventaja de que puede disminuir la grasa XXX o diglicérido XX, que ambos afectan adversamente a los cristales de chocolate.

Además, en la presente invención, las grasas y aceites que en las que se pretende que disminuya grasa XXX o diglicérido XX disminuye por el método mencionado anteriormente se pueden separar según el método ordinario, usando el método de separación con un disolvente(s) tal como acetona. En este método de separación con un disolvente(s), es posible usar etanol o hexano además de acetona.

En la presente invención, las grasas y aceites en los que disminuye la concentración de grasa XXX y/o diglicérido XX se pueden producir por el método que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa (preferentemente de 30 a 60%) de grasa XOX y/o grasa XLX del total de triglicéridos en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular; y después enfriar la mezcla y eliminar por cristalización un triglicérido (grasa XXX) que consiste solo en restos de ácido graso saturado y/o un diglicérido (XX) que consiste solo en restos de ácido graso saturado. Este método se puede llevar a cabo

según el método anteriormente mencionado que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden una cantidad específica de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular, y enfriarlo para cristalizar un contenido sólido que es rico en grasa XOX y/o grasa XLX, además comprende las etapas de cristalizar grasa XXX o diglicérido XX a la temperatura a la que la grasa XOX y/o grasa XLX apenas cristaliza (por ejemplo 26 a 35°C, y preferentemente 26 a 28°C) y eliminarlo por separación. Ya que este método puede producir eficazmente una composición de grasa y aceite que contiene menos contenido de grasa XXX o diglicérido XX, la propiedad de antiempañamiento de la composición de grasa y aceite mejora y, particularmente, es posible producir eficazmente aceite de cocinado o similar que tenga buena propiedad a baja temperatura.

A continuación, los ejemplos ilustrarán más la presente invención.

## 10 Ejemplos.

Preparación de composición 1 de lipasa en polvo.

Con anterioridad se llevo a cabo una esterilización en autoclave (121°C, 15 minutos) de una disolución de enzimas (150.000 U/ml) de una marca comercial Lipase DF "Amano" 15-K (también llamada Lipase D), un producto de Amano Enzyme Inc. Una cantidad triple de disolución acuosa 10% de polvo de soja con toda la grasa desodorizado (contenido en grasa: 23% de masa; nombre comercial Alphaplus HS-600, producido por Nisshin Cosmo Foods, Ltd.) enfriada alrededor de temperatura ambiente se añadió con agitación. Después, se ajustó el pH de la mezcla a 7,8 con una disolución de NaOH 0,5N, y se secó por pulverizado (SD-1000, de Tokyo Rikakikai Co., Ltd.) para obtener una composición 1 de lipasa en polvo.

Ejemplo 1.

Se mezcló 1.800 g de estearato de etilo (nombre comercial: Ethyl Stearate, de Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 1.200 g de aceite de girasol rico el oleico (nombre comercial. Olein Rich, de Showa Sangyo Co., Ltd.). A esto se añadió 0,5% de masa de la composición 1 de lipasa en polvo, y se agitó a 40°C durante 7 horas. Se eliminó un polvo de enzima por filtración para obtener 2.987 g de un reactivo 1-1. Se llevó a cabo una destilación de película fina a 2.890 g del reactivo 1-1 obtenido, y se eliminó una cantidad que excedía una cantidad específica de un etil de ácido graso a temperatura de destilación de 140°C para obtener 1.290 g de un resto 1-1 de destilación en el que el contenido de un éster etil de ácido graso es 8,8% de masa (tabla 1). Al mismo tiempo, se analizó un éster etil de ácido graso y una composición TAG por el método GLC.

Después de que 930 g del resto 1-1 de destilación estaban completamente disueltos a 50°C se solidificó a 25°C para obtener una torta 1-1. El polimorfismo del cristal en estado sólido se midió por XRD. Los resultados se muestran en las tablas 2 y 3.

Se puso 320 g de la torta 1-1 en un exprimidor (de Zojirushi Corporation) y se machacó. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (presión de compresión 3,3 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin Oillio Group, Ltd.) para obtener 102 g de una parte 1-1 sólida y 207 g de una parte líquida. Los resultados se muestran en la tabla 4.

Ejemplo comparativo 1.

Se llevó a cabo destilación de vapor a 360 g del resto 1-1 de destilación obtenido en el ejemplo 1 a temperatura de destilación de 200°C. Después, se eliminó un etil de ácido graso para obtener 320 g de un resto 1-2 de destilación en el que el contenido de un etil de ácido graso es una cantidad traza % (tabla 1).

Después de que 320 g del resto 1-2 de destilación estaban completamente disueltos a 50°C se solidificó a 25°C para obtener una torta 1-2. El polimorfismo del cristal en estado sólido se midió por XRD. Los resultados se muestran en las tablas 2 y 3.

Se puso 320 g de la torta 1-2 en un exprimidor (de Zojirushi Corporation) y se machacó. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (presión de compresión 3,3 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin Oillio Group, Ltd.) para obtener 62 g de una parte 1-2 sólida y 248 g de una parte 1-2 líquida. Los resultados se muestran en la tabla 4.

Tabla 1. Resultado del análisis de la composición TAG

Composición TAG (%)	Reactivo 1-1	Resto 1-1 de destilación (Ej. 1)	Resto 1-2 de destilación (Ej. Comp. 1)
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr
POS	4,3	4,3	4,5
PO <sub>2</sub>	1,6	1,6	1,5
S <sub>3</sub>	tr	tr	tr
S <sub>2</sub> O	46,4	46,4	46,4
SO <sub>2</sub>	34,8	34,8	35,1
S <sub>2</sub> L	2,5	2,5	2,5
O <sub>3</sub>	6,0	6,0	6,0
SOL	3,4	3,4	3,4
Otros	1,0	1,0	0,6
XOX/(XXO+OXX)	99/1	99/1	99/1
Contenido etil de ácido graso (%)	-	8,8	tr

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

- 5 XOX/(XXO+OXX) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil. Al mismo tiempo, XOX/(XXO+OXX) se analizó mediante HPLC usando el envase de columna con una resina de intercambio de cationes en la forma de ión Ag<sup>++</sup>.

P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

- 10 Nota 2) el contenido de un éster de etil de ácido graso indica un % de masa de un éster de etil de ácido graso en todos los componentes.

Tabla 2. Condiciones de cristalización.

Tiempo de cristalización (horas)	Polimorfismo de cristales (grado form. $\beta$ ) *1	
	Ejemplo 1	Ejemplo comparativo 1
0	0	0
16	49,0	15,0
22	92,1	23,4
39	98,4	36,3

\*1) el grado de formulación  $\beta$  es un valor que se define como sigue, usando una intensidad en cada valor d de medición de difracción de rayos x.

- 15 Grado de formulación  $\beta = 4,6 \text{ \AA intensidad} / (4,6 \text{ \AA intensidad} + 3,8 \text{ \AA intensidad}) \times 100$

Tabla 3. Punto de fusión de una torta de cristalización.

	Ejemplo 1	Ejemplo comparativo 1
Punto de fusión (°C)*2)	33,8	30,4

\*2) temperatura punta de fusión de DSC.



Tabla 4. Resultados de separación sólido-líquido.

Composición TAG (%)	Ejemplo 1		Ejemplo comparativo 1	
	Parte 1-1 sólida	Parte 1-1 líquida	Parte 1-2 sólida	Parte 1-2 líquida
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr
POS	4,0	2,4	4,5	4,7
PO <sub>2</sub>	0,8	2,2	2,2	2,5
S <sub>3</sub>	tr	tr	tr	tr
S <sub>2</sub> O	75,2	15,8	50,3	28,2
SO <sub>2</sub>	12,4	56,7	26,6	45,9
S <sub>2</sub> L	2,8	3,4	3,2	3,4
O <sub>3</sub>	2,5	11,3	9,6	9,2
SOL	1,0	6,8	3,5	4,8
Otros	1,3	1,4	0,1	1,3

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

#### 5 Ejemplo 2.

Se mezcló 21.000 g de estearato de etilo (nombre comercial: Ethyl Stearate, de Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 14.000 g de aceite de girasol rico en oleico (nombre comercial: Olein Rich, de Showa Sangyo Co., Ltd.). A esto se añadió 0,3% de masa de la composición 1 de lipasa en polvo, y se agitó a 40°C durante 20 horas. Se eliminó un polvo de enzima por filtración para obtener 34.354 g de un reactivo 2-1. Se llevó a cabo una destilación de película fina a 34.300 g del reactivo 2-1 obtenido, y se eliminó un etil de ácido graso del reactivo a temperatura de destilación de 140°C para obtener 13.714 g de un resto 2-1 de destilación en el que el contenido de un éster etil de ácido graso es 2,9% de masa (tabla 5).

Se mezcló 2.101 g de estearato de etilo (nombre comercial: Ethyl Stearate, de Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 11.417 g del resto 2-1 de destilación obtenido para obtener 13.518 g de una materia prima 2-1 de destilación en la que el contenido de un éster etil de ácido graso es 18,3% de masa. Después de que 12.500 g de la materia prima 2-1 de cristalización obtenida estaban completamente disueltos a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 2,5 horas. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 2, presión de compresión 7 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 450 g de una parte 2-1 sólida y 11.859 g de una parte 2-1 líquida. Después 3.664 g de la parte 2-1 líquida obtenida se enfrió con agitación a 27°C durante 2,5 horas, y después a 20°C durante 4 horas, se llevó a cabo separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 3, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 1.458 g de una parte 2-2 sólida y 2.191 g de una parte 2-2 líquida (tablas 5, 7). Se llevó a cabo destilación de vapor a la parte 2-2 sólida obtenida a temperatura de destilación de 200°C, y se eliminó un etil de ácido graso. Después, se purificó de acuerdo con el procedimiento para obtener mantequilla 2-1. Se evaluaron los chocolates que comprenden la mantequilla 2-1 obtenida, y no hubo problema con la viscosidad durante la fabricación, desmolde, o fusión del chocolate en la boca.

#### Ejemplo 3.

Después de que 1.000 g de la materia prima 2-1 de cristalización obtenida por el método del ejemplo 2 estaban completamente disueltos a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 2,5 horas, y después a 20°C durante 4 horas. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 4, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 410 g de una parte 3-1 sólida y 568 g de una parte 3-1 líquida (tablas 5, 8). Se llevó a cabo destilación de vapor a la parte 3-1 sólida obtenida a temperatura de destilación de 200°C, y se eliminó un etil de ácido graso. Después, se purificó de acuerdo con el procedimiento para obtener mantequilla 3-1. Se evaluaron los chocolates que comprenden la mantequilla 3-1 obtenida, y tenían buena calidad. Además, los chocolates que comprenden la mantequilla 2-1 del ejemplo 2 tenían baja viscosidad durante la fabricación, y el desmolde era ligeramente mejor. Además, los chocolates del ejemplo 2 fundían mejor en la boca.

Ejemplo 4.

Después de que 4.000 g de la parte 2-1 líquida obtenida por el método del ejemplo 2 estaban completamente disueltos a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 2,5 horas, y después a 20°C durante 4 horas. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 5, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 1.568 g de una parte 4-1 sólida y 2.352 g de una parte 4-1 líquida (tablas 6,9).

Ejemplo 5.

Después de que 3.000 g de la parte 2-1 líquida obtenida por el método del ejemplo 2 estaban completamente disueltos a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 2,5 horas, y después se enfrió a 20°C a una velocidad de 1°C/hora. Después, el reactivo se mantuvo a 20°C durante 1 hora, y se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 6, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 1.147 g de una parte 5-1 sólida y 1.793 g de una parte 5-2 líquida (tablas 6,9).

Ejemplo comparativo 2.

Se llevó a cabo destilación de vapor a 1.000 g del resto 2-1 de destilación obtenido por el método del ejemplo 2 a temperatura de destilación de 200°C. Después, se eliminó un etil de ácido graso para obtener 982 g del un resto 2-2 de destilación en el que el contenido de un etil de ácido graso es una cantidad traza %. Después de que 950 g del resto 2-2 de destilación estaban completamente disueltos a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 3 horas y se filtró por compresión (filtración por presión 7, presión de compresión 7 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para llevar a cabo la separación sólido-líquido. Sin embargo, la separación se paró porque la viscosidad se volvió extremadamente alta y la capacidad de filtración se deterioró de modo que la separación sólido-líquido no pudo continuar. Por lo tanto, después de que el reactivo estaba completamente disuelto a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 2,5 horas, y después a 20°C durante 4 horas. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 8, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.). Sin embargo, la separación se paró de nuevo ya que era difícil llevar a cabo la separación sólido-líquido debido a la baja capacidad de filtración (tablas 5, 8).

Tabla 5. Fluidez antes de la filtración por presión.

Fluidez	Ejemplo 2		Ejemplo 3
	Antes de filt. por pres. 2	Antes de filt. por pres. 3	Antes de filt. por pres. 4
	◎ ◎	◎	◎

◎ ◎ :forma líquida. ◎ : fluidez extremadamente alta; casi forma líquida.

▲ : aunque tiene algo de fluidez, la viscosidad es alta y la filtración es difícil.

Tabla 6. Fluidez antes de la filtración por presión.

Fluidez	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo comparativo 2
	Antes de filt. por pres. 5	Antes de filt. por pres. 6	Antes de filt. por pres. 7, 8
	◎	◎	▲

◎ : fluidez extremadamente alta; casi forma líquida.

▲ : aunque tiene algo de fluidez, la viscosidad es alta y la filtración es difícil.

Tabla 7. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 2							
	Reactivo 2-1	Resto 2-1 de destilación	RM 2-1 cristal.	Parte 2-1 sólida	Parte 2-1 líquida	Parte 2-2 sólida	Parte 2-2 líquida	Mantequilla 2-1
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	1,5	tr	tr	tr	tr
POS	2,9	2,9	2,9	2,5	3,1	3,4	2,6	3,4
PO <sub>2</sub>	1,4	1,4	1,4	1,0	1,7	0,2	3,1	0,2

ES 2 437 849 T3

S <sub>3</sub>	0,7	0,7	0,7	15,4	0,3	0,8	tr	0,8
S <sub>2</sub> O	43,7	43,7	43,7	44,1	41,7	78,6	12,1	78,6
SO <sub>2</sub>	35,6	35,6	35,6	25,3	35,2	11,8	51,9	11,8
S <sub>2</sub> L	2,5	2,5	2,5	1,3	2,5	1,8	3,3	1,8
O <sub>3</sub>	7,7	7,7	7,7	5,7	9,6	1,6	18,2	1,6
SOL	4,2	4,2	4,2	2,5	3,6	1,0	5,6	1,0
Otros	1,3	1,3	1,3	0,7	2,3	0,8	3,2	0,8
Contenido SS-DAG (%) Nota 2)	0,4	1,1	1,0	35,0	0,2	0,5	tr	0,6
XOX/(XXO+OXX)	99/1	99/1	99/1	-	99/1	99/1	-	99/1
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	-	2,9	18,3	12,0	18,4	11,9	20,9	ND

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

XOX/(XXO+OXX) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil.

- 5 P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

Nota 2) el contenido SS-DAG indica un % de masa de diestearoil glicerol en todos los componentes. El contenido se midió por GLC.

- 10 Nota 3) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

Tabla 8. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 3			Ej. comp. 2
	Parte 3-1 sólida	Parte 3-1 líquida	Mantequilla 3-1	Resto 2-2 de destilación
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr
POS	3,5	2,7	3,5	2,9
PO <sub>2</sub>	0,2	3,1	0,2	1,4
S <sub>3</sub>	2,0	tr	2,0	0,7
S <sub>2</sub> O	75,1	15,0	75,1	43,7
SO <sub>2</sub>	12,4	52,0	12,4	35,6
S <sub>2</sub> L	2,6	3,3	2,6	2,5
O <sub>3</sub>	2,4	18,8	2,4	7,7
SOL	0,9	5,6	0,9	4,2
Otros	0,5	1,7	0,5	1,3
Contenido SS-DAG (%) Nota 2)	1,9	tr	2,1	1,2
XOX/(XXO+OXX)	99/1	-	99/1	99/1

Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	12,5	18,5	ND	tr
---	------	------	----	----

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

5 Nota 2) el contenido SS-DAG indica un % de masa de diestearoil glicerol en todos los componentes. El contenido se midió por GLC.

Nota 3) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

Tabla 9. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 4		Ejemplo 5	
	Parte 4-1 sólida	Parte 4-1 líquida	Parte 5-1 sólida	Parte 5-1 líquida
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr
POS	3,4	2,7	3,5	2,8
PO <sub>2</sub>	0,2	3,1	0,2	3,6
S <sub>3</sub>	0,9	tr	1,0	tr
S <sub>2</sub> O	80,2	13,4	81,2	14,2
SO <sub>2</sub>	10,7	51,9	9,9	51,4
S <sub>2</sub> L	2,1	3,3	2,1	3,3
O <sub>3</sub>	1,1	18,4	0,9	18,6
SOL	0,9	5,5	0,7	5,3
Otros	0,5	1,7	0,5	0,8
Contenido SS-DAG (%) Nota 2)	0,6	tr	0,6	tr
XOX/(XOX+OXX)	99/1	-	99/1	-
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	11,8	20,7	11,6	20,5

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

10 P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

Nota 2) el contenido SS-DAG indica un % de masa de diestearoil glicerol en todos los componentes. El contenido se midió por GLC.

15 Nota 3) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

Ejemplo 6.

20 Se añadió 60 g de estearato de etilo líquido a 31,7°C a 200 g de la torta 1-1 obtenida por el método del ejemplo 1, y la mezcla se puso en un exprimidor (de Zojirushi Corporation) y se machacó. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (presión de compresión 3,3 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin Oilio Group, Ltd.) para obtener 100 g de una parte 6-1 sólida y 160 g de una parte 6-1 líquida. Se llevó a cabo destilación de vapor a 100 g de la parte 6-1 sólida obtenida a temperatura de destilación de 200°C para obtener 81 g de mantequilla 6-1.

Ejemplo 7.

5 Se puso 200 g de la torta 1-1 obtenida por el método del ejemplo 1 en un exprimidor (de Zojirushi Corporation) y se machacó. Después, se añadió 40 g de estearato de etilo líquido a 31,7°C y se mezcló, y se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (presión de compresión 3,3 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 96 g de una parte 7-1 sólida y 144 g de una parte 7-1 líquida. Se llevó a cabo destilación de vapor a 96 g de la parte 7-1 sólida obtenida a temperatura de destilación de 200°C para obtener 80 g de mantequilla 7-1.

Ejemplo 8.

10 Se pusieron 200 g de la torta 1-1 obtenida por el método del ejemplo 1 en un exprimidor (de Zojirushi Corporation) y se machacó. Después, se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (presión de compresión 3,3 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 66 g de una parte 8-1 sólida y 134 g de una parte 8-1 líquida.

Los resultados se muestran en las tablas 10 y 11.

Tabla 10. Fluides de la torta antes de la filtración por presión.

	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8
Fluides	⊙	○	△

15 ⊙: fluides extremadamente alta; casi forma líquida. ○: que tiene fluides. △: que tiene algo de fluides. x: sin fluides.

Tabla 11. Composición TAG.

Composición TAG (%)	Ejemplo 6			Ejemplo 7			Ejemplo 8	
	Parte 6-1 sólida	Parte 6-1 líquida	Mantequilla 6-1	Parte 7-1 sólida	Parte 7-1 líquida	Mantequilla 7-1	Parte 8-1 sólida	Parte 8-1 líquida
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr	tr	tr	tr	tr
POS	4,2	2,3	4,2	4,3	2,4	4,3	4,0	2,4
PO <sub>2</sub>	0,1	2,9	0,1	0,2	2,1	0,2	0,8	2,2
S <sub>3</sub>	tr	tr	tr	tr	tr	tr	tr	tr
S <sub>2</sub> O	93,0	11,5	93,0	85,3	15,8	85,3	75,2	15,8
SO <sub>2</sub>	1,3	54,5	1,3	5,8	56,6	5,8	12,4	56,7
S <sub>2</sub> L	0,9	3,5	0,9	2,0	3,6	2,0	2,8	3,4
O <sub>3</sub>	0,3	12,2	0,3	1,4	11,4	1,4	2,5	11,3
SOL	0,1	10,8	0,1	0,4	6,7	0,4	1,0	6,8
Otros	0,1	2,3	0,1	0,6	1,4	0,6	1,3	1,4
Contenido etil de ácido grasos (%)	13,1	37,6	ND	11,6	29,6	ND	3,3	8,4

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

20 Nota 2) el contenido de un etil de ácido grasos indica un % de masa de un etil de ácido grasos en todos los componentes.

Ejemplo 9.

25 Se mezcló 100 g de palmitato de etilo (nombre comercial: Ethyl palmitate Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 900 g de oleína de palma (producido por INTERCONTINENTAL SPECIALTY FATS SDN BHD, valor de yodo 56) para obtener 1000 g de una materia prima 9-1 de cristalización. Después de que 1.000 g de la materia prima 9-1 de

- 5 cristalización obtenida estaba completamente disuelta a 50°C, se enfrió con agitación a 10°C durante 3 horas. Después se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por compresión (filtración por presión 1, presión de compresión 7 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 22 g de una parte 9-1 sólida y 958 g de una parte 9-1 líquida. Después, 940 g de la parte 9-1 líquida obtenida se enfrió gradualmente con agitación a 5°C y se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por compresión (filtración por presión 2, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 414 g de una parte 9-2 sólida y 507 g de una parte 9-2 líquida (tablas 12 y 13).

Tabla 12. Fluidez antes de la filtración por presión.

Fluidez	Ejemplo 9	
	Filt. por pres. 1	Filt. por pres. 2
	⊙ ⊙	⊙ ⊙

⊙ ⊙ :forma líquida. ⊙ : fluidez extremadamente alta; casi forma líquida, y fácilmente filtrable.

- 10 Tabla 13. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 9					
	Oleína de palma	RM 9-1 cristal.	Parte 9-1 sólida	Parte 9-1 líquida	Parte 9-2 sólida	Parte 9-2 líquida
MP <sub>2</sub>	0,2	0,2	2,8	0,1	0,2	tr
M <sub>2</sub> O	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,1
P <sub>3</sub>	0,6	0,6	16,2	0,2	0,4	tr
MPO	2,1	2,1	2,1	2,1	2,8	1,5
MPL	0,6	0,6	0,6	0,6	0,5	0,7
P <sub>2</sub> S	tr	tr	tr	tr	tr	tr
P <sub>2</sub> O	32,6	32,6	32,6	32,6	62,0	7,2
P <sub>2</sub> L	9,9	9,9	9,9	9,9	7,7	11,8
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr	tr	tr
POS	5,7	5,7	5,7	5,7	11,0	1,1
PO <sub>2</sub>	25,7	25,7	17,0	25,9	6,1	43,0
POL	9,4	9,4	0,7	9,6	0,8	17,2
PL <sub>2</sub>	2,0	2,0	2,0	2,0	0,6	3,2
S <sub>2</sub> O	0,6	0,6	0,6	0,6	1,3	tr
SO <sub>2</sub>	2,5	2,5	2,5	2,5	1,3	3,5
O <sub>3</sub>	3,4	3,4	3,4	3,4	1,3	5,2
SOL	1,1	1,1	1,1	1,1	0,3	1,8
O <sub>2</sub> L	1,6	1,6	1,6	1,6	0,6	2,5
OL <sub>2</sub>	0,5	0,5	0,5	0,5	0,2	0,8
Otros	1,3	1,3	0,4	1,4	2,6	0,4
XOX/(XXO+OXX)	90/10	-	90/10	90/10	94/6	-
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	-	10,0	7,8	10,1	7,3	12,2

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

XOX/(XOX+OXX) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil

- 5 P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

Nota 2) el contenido de un éster de etil de ácido graso indica un % de masa de un éster de etil de ácido graso en todos los componentes.

Ejemplo 10.

- 10 Se mezcló 50 g de palmitato de etilo (nombre comercial: Ethyl palmitate Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 950 g de oleína de palma (producido por INTERCONTINENTAL SPECIALTY FATS SDN BHD, valor de yodo 65) para obtener 1000 g de una materia prima 10-1 de cristalización. Después de que 1.000 g de la materia prima 10-1 de cristalización obtenida estaba completamente disuelta a 50°C, se enfrió con agitación a 5°C y se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por compresión (filtración por presión 1, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>;
- 15 uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 196 g de una parte 10-1 sólida y 784 g de una parte 10-1 líquida (tablas 14 y 15).

Tabla 14. Fluidez antes de la filtración por presión.

Fluidez	Ejemplo 10
	Filt. por pres. 1
	⊙ ⊙

⊙ ⊙ :forma líquida. ⊙ : fluidez extremadamente alta; casi forma líquida, y fácilmente filtrable.

Tabla 15. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 10			
	Oleína de palma	RM 10-1 cristal.	Parte 10-1 sólida	Parte 10-1 líquida
MP <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr
M <sub>2</sub> O	0,1	0,1	0,5	tr
P <sub>3</sub>	tr	tr	tr	tr
MPO	1,8	1,8	5,6	0,8
MPL	0,7	0,7	1,5	0,5
P <sub>2</sub> S	tr	tr	tr	tr
P <sub>2</sub> O	16,7	16,7	67,1	3,5
P <sub>2</sub> L	10,7	10,7	3,8	12,5
PS <sub>2</sub>	tr	tr	tr	tr
POS	3,1	3,1	13,0	0,5
PO <sub>2</sub>	36,5	36,5	4,1	45,0
POL	13,5	13,5	0,9	16,8
PL <sub>2</sub>	2,8	2,8	0,1	3,5
S <sub>2</sub> O	0,3	0,3	1,4	tr
SO <sub>2</sub>	3,5	3,5	0,3	4,4
O <sub>3</sub>	5,1	5,1	0,3	6,4

SOL	1,5	1,5	0,2	1,9
O <sub>2</sub> L	2,5	2,5	0,1	3,1
OL <sub>2</sub>	0,7	0,7	tr	0,9
Otros	0,5	0,5	1,1	0,4
XOX/(XXO+OXX)	80/20	-	90/10	-
Contenido XX-DAG	0,3	0,3	0,7	0,2
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	-	5,0	6,0	1,4

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

XOX/(XXO+OXX) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil

5 P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

Nota 2) el contenido XX-DAG indica un % de masa de glicerol disaturado en todos los componentes. El contenido se midió por GLC.

10 Nota 3) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

Ejemplo 11.

15 Se mezcló 9.000 g de estearato de etilo (nombre comercial: Ethyl Stearate, de Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 6.000 g de aceite de girasol rico en oleico (nombre comercial: Olein Rich, de Showa Sangyo Co., Ltd.). A esto se añadió 0,3% de masa de la composición 1 de lipasa en polvo, y se agitó a 40°C durante 20 horas. Se eliminó un polvo de enzima por filtración para obtener 14.700 g de un reactivo 11-1. Se llevó a cabo destilación de película fina a 14.500 g del reactivo 11-1 obtenido, y se eliminó un etil de ácido graso del reactivo a temperatura de destilación de 140°C para obtener 5.795 g de un resto 11-1 de destilación en el que el contenido de un etil de ácido graso es 3,5% de masa (tabla X1).

20 Se mezcló 906 g de un destilado 11-1 con 5.000 g del resto 11-1 de destilación obtenido para obtener 5.906 g de una materia prima 11-1 de cristalización donde el contenido de un etil de ácido graso es 18,3% de masa. Después de que 2.001 g de la materia prima 11-1 de cristalización obtenida estaba completamente disuelta a 50°C, se enfrió con agitación a 27°C durante 3 horas. Después se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 1, presión de compresión 7 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin Oil Co. Group, Ltd.) para obtener 450 g de una parte 11-1 sólida y 1.904 g de una parte 11-1 líquida (tablas 16 y 17). Se llevó a cabo destilación de película fina a 1.845 g de la parte 11-1 líquida obtenida, y se eliminó un etil de ácido graso del reactivo a temperatura de destilación de 140°C para obtener 1.389 g de un resto 11-2 de destilación en el que el contenido de un etil de ácido graso es 5,2% de masa. Se llevó a cabo destilación de vapor a 1.351 g del resto 11-2 de destilación obtenido a temperatura de destilación de 200°C. Después, se eliminó un etil de ácido graso para obtener 1.227 g de un resto 11-3 de destilación en el que el contenido de un etil de ácido graso es una cantidad traza %. Se añadió 4.788 g de acetona a 1.197 g del resto 11-3 de destilación obtenido, se disolvió, y se enfrió a 5°C. La parte sólida obtenida se separó por filtración para obtener 555 g de una parte 11-2 sólida y 651 g de una parte 11-2 líquida. Se eliminó la acetona de los 530 g de parte 11-2 sólida obtenida, y el resto se purificó de acuerdo con el procedimiento para obtener 500 g de mantequilla 11-1 (tablas 18 y 19).

Tabla 16. Fluidez antes de la filtración por presión.

Fluidez	Ejemplo 11
	Filt. por pres. 1
	⊙ ⊙

35 ⊙ ⊙ :forma líquida. ⊙ : fluidez extremadamente alta; casi forma líquida, y fácilmente filtrable.



ES 2 437 849 T3

Tabla 17. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 11						
	Reactivo 11-1	Resto 11-1 de destilación	RM 11-1 cristal.	Parte 11-1 sólida	Parte 11-1 líquida	Resto 11-2 de destilación	Resto 11-3 de destilación
PS <sub>2</sub>	0,2	0,2	0,2	1,7	tr	tr	tr
POS	3,0	3,0	3,0	3,1	3,0	3,0	3,0
PO <sub>2</sub>	1,5	1,5	1,5	1,0	1,4	1,4	1,4
S <sub>3</sub>	1,0	1,0	1,0	15,8	0,4	0,4	0,4
S <sub>2</sub> O	43,7	43,7	43,7	45,0	43,5	43,5	43,5
SO <sub>2</sub>	35,2	35,2	35,2	24,3	35,3	35,3	35,3
S <sub>2</sub> L	2,4	2,4	2,4	1,2	2,5	2,5	2,5
O <sub>3</sub>	7,3	7,3	7,3	5,6	7,4	7,4	7,4
SOL	3,9	3,9	3,9	2,3	3,8	3,8	3,8
Otros	1,8	1,8	1,8	0,2	2,7	2,7	2,7
Contenido SS-DAG (%) Nota 2)	0,4	0,9	1,0	33,0	0,1	0,1	0,1
XOX/(XOX+OXX)	99/1	99/1	99/1	-	99/1	99/1	99/1
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	-	3,5	18,3	12,0	18,4	5,2	tr

Tabla 18. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 11		
	Parte 11-2 sólida	Parte 11-2 líquida	Mantequilla 11-1
PS <sub>2</sub>	0,2	tr	0,2
POS	4,4	1,5	4,4
PO <sub>2</sub>	tr	2,9	tr
S <sub>3</sub>	0,9	tr	0,9
S <sub>2</sub> O	85,9	1,9	85,9
SO <sub>2</sub>	3,9	64,9	3,9
S <sub>2</sub> L	3,5	3,4	3,5
O <sub>3</sub>	tr	14,5	tr
SOL	tr	7,9	tr
Otros	1,2	3,0	1,2
Contenido SS-DAG (%) Nota 2)	0,6	tr	0,6
XOX/(XOX+OXX)	99/1	-	99/1

Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	tr	tr	ND
--	----	----	----

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

XOX/(XOX+OXX) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil

- 5 P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

Nota 2) el contenido SS-DAG indica un % de masa de diestearoil glicerol en todos los componentes. El contenido se midió por GLC.

- 10 Nota 3) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

Ejemplo 12.

Se produjeron muestras de chocolate usando la mantequilla 11-1 anterior mediante el método que comprende las etapas de mezclar, refinar y temperar con los siguientes aparatos según la cantidad combinada mezclada en la tabla 19, y se temperó desde 50°C a 29°C después a 32°C. Después, cada muestra se evaluó.

- 15 No hubo problema con la viscosidad durante la fabricación o desmolde. El chocolate obtenido se conservó a 20°C durante una semana, y se evaluó la facilidad de partirse, brillo y la fusión en la boca. Como resultado, un chocolate 1 en el que se usó mantequilla 11-1 se fundía bien en la boca y era fácil de partir.

(Aparatos usados para producir muestras de chocolate)

Mezclado: una mezcladora versátil (5DM-L, de Dalton Co., Ltd.)

- 20 Refinado: un molino de tres rodillos (SDY300, de Buhler)

Temperado: una mezcladora versátil (5DM-L, de Dalton Co., Ltd.)

Tabla 19. Cantidad combinada de chocolates (% de masa)

	Chocolate control	Chocolate 1
Azúcar	47,45	47,45
Masa de cacao	40,0	40,0
*(proporción de manteca de cacao)	(22,0)	(22,0)
Manteca de cacao	12,0	-
Mantequilla 11-1	-	4,4
Fracción de palma suave	-	7,6
Lecitina	0,5	0,5
Agente saborizante	0,05	0,05

(Resultados de la evaluación del chocolate)

- 25 Los chocolates producidos por el método anterior se evaluaron con respecto a la facilidad de desmoldar, facilidad de partirse, brillo, y la fusión en la boca. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 20.

Tabla 20. Resultado de la evaluación de barras de chocolate.

	Chocolate 1 control	Chocolate 1
Partido	O	O
Fusión en la boca	O	O
Desmolde	⊙	⊙
Brillo	⊙	⊙

La evaluación se llevó a cabo según la prueba sensorial de 10 panelistas. Los criterios fueron los siguientes:

(Criterios)

Facilidad de partido:

5 ⊙: que tiene extremadamente buen partido

O: que tiene buen partido

Δ: menos partido

Fusión en la boca:

⊙: extremadamente buena fusión en la boca

10 O: buena fusión en la boca

Δ: pobre fusión en la boca

Brillo:

⊙: extremadamente bueno

O: bueno pero parcialmente empañado

15 Δ: sin brillo

Desmolde:

⊙: se desmolda 15 minutos después de enfriado

O: se desmolda 20 minutos después de enfriado Δ: pobre fusión en la boca

Δ: no se desmolda

20 Ejemplo 13.

Se mezcló 2.400 g de estearato de etilo (nombre comercial: Ethyl Stearate, de Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) con 1.600 g de aceite de cártamo rico el oleico (nombre comercial: Olein Rich, de Showa Sangyo Co., Ltd.). A esto se añadió 0,3% de masa de la composición 1 de lipasa en polvo, y se agitó a 40°C durante 20 horas. Se eliminó un polvo de enzima por filtración para obtener 3.920 g de un reactivo 13-1. Se llevó a cabo destilación de película fina a 3.900 g del reactivo 13-1 obtenido, y se eliminó un etil de ácido graso a temperatura de destilación de 140°C para obtener 1.555 g de un resto 13-1 de destilación en el que el contenido de un etil de ácido graso es 3,7% de masa (tabla 22).

Se mezcló 261 g de un destilado 13-1 con 1.500 g del resto 13-1 de destilación obtenido para obtener 1.761 g de una materia prima 13-1 de cristalización donde el contenido de un etil de ácido graso es 18,0% de masa. Después de que 1.700 g de la materia prima 13-1 de cristalización obtenida estaba completamente disuelta a 50°C, se enfrió con agitación a 23°C durante 3 horas. Después se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 1, presión de compresión 7 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 35 g de una parte 13-1 sólida y 1.624 g de una parte 13-1 líquida. Después, 1.600 g de la parte 13-1 líquida obtenida se enfrió gradualmente con agitación a 10°C, y se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 2, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin OilliO Group, Ltd.) para obtener 627 g de una parte 13-2 sólida y 941 g de una parte 13-2 líquida (tablas 21 y 22).

Tabla 21. Fluidez antes de la filtración por presión.

Fluidez	Ejemplo 13	
	Filt. por pres. 1	Filt. por pres. 2
	⊙ ⊙	⊙ ⊙

⊙ ⊙ : forma líquida. ⊙ : fluidez extremadamente alta; casi forma líquida, y fácilmente filtrable.

Tabla 22. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 13						
	Reactivo 13-1	Resto 31-1 de destilación	RM 13-1 cristal.	Parte 13-1 sólida	Parte 13-1 líquida	Resto 13-2 de destilación	Resto 13-3 de destilación
P <sub>2</sub> L	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,5	0,1
PS <sub>2</sub>	0,3	0,3	0,3	5,1	0,1	0,2	tr
POS	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	2,0	0,6
PLS	5,8	5,8	5,8	5,8	5,8	7,0	4,9
PLO	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
PL <sub>2</sub>	1,6	1,6	1,6	0,2	1,6	tr	2,8
S <sub>3</sub>	0,7	0,7	0,7	11,7	0,3	0,7	tr
S <sub>2</sub> O	7,8	7,8	7,8	7,8	7,8	14,0	3,0
S <sub>2</sub> L	39,9	39,9	39,9	39,9	39,9	67,0	19,1
SLO	10,5	10,5	10,5	6,9	10,6	2,1	17,1
SL <sub>2</sub>	24,8	24,8	24,8	19,8	24,9	5,2	40,0
OL <sub>2</sub>	2,3	2,3	2,3	0,4	2,4	tr	4,2
L <sub>3</sub>	3,9	3,9	3,9	0,1	4,0	tr	7,1
Otros	0,2	0,2	0,2	0,1	0,4	0,6	0,4
Contenido SS-DAG (%) Nota 2)	0,5	1,1	1,0	16,5	0,1	0,4	tr
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 3)	-	3,7	18,0	14,1	18,1	11,0	22,7

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

- 5 XO<sub>X</sub>/(X<sub>XO</sub>+O<sub>XX</sub>) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil

P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

- 10 Nota 2) el contenido SS-DAG indica un % de masa de diestearoil glicerol en todos los componentes. El contenido se midió por GLC.

Nota 3) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

## Ejemplo 14.

5 Se mezcló 320 g de aceite de girasol rico en oleico (nombre comercial: Olein Rich, de Showa Sangyo Co., Ltd.), 380 g de fracción de palma suave (producido por INTERCONTINENTAL SPECIALTY FATS SDN BHD, valor de yodo 45), 180 g de estearato de etilo (nombre comercial: Ethyl Stearate, de Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.) y 120 g de palmitato de etilo (nombre comercial: Ethyl palmitate Inoue Perfumery MFG. Co., Ltd.). A esto se añadió 0,5% de masa de la composición 1 de lipasa en polvo, y se agitó a 50°C durante 16 horas. Se eliminó un polvo de enzima por filtración para obtener 997 g de un reactivo 14-1.

10 Después de que 997 g del reactivo 14-1 obtenido estaba completamente disuelta a 50°C, se enfrió con agitación a 23°C durante 3 horas. Después se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión reducida para obtener 168 g de una parte 14-1 sólida y 805 g de una parte 14-1 líquida. Después, 805 g de la parte 14-1 líquida obtenida se enfrió gradualmente con agitación a 12,5°C, y se llevó a cabo la separación sólido-líquido por filtración por presión (filtración por presión 1, presión de compresión 30 kgf/cm<sup>2</sup>; uso del filtro de prensa producido por The Nisshin Oil Group, Ltd.) para obtener 180 g de una parte 14-2 sólida y 632 g de una parte 14-2 líquida (tabla 23).  
15 Se llevó a cabo destilación de vapor a la parte 14-2 sólida obtenida a temperatura de destilación de 200°C, y se eliminó un etil de ácido graso. Después, se purificó de acuerdo con el procedimiento para obtener manteca 14-1.

Tabla 23. Resultados del análisis de la composición.

Composición TAG (%) Nota 1)	Ejemplo 14					
	Reactivo 14-1	Parte 14-1 sólida	Parte 14-1 líquida	Parte 14-2 sólida	Parte 14-1 líquida	Manteca 14-1
P <sub>3</sub>	1,3	5,1	0,2	0,4	0,2	0,3
POM	0,6	0,5	0,5	0,3	0,7	0,3
P <sub>2</sub> S	1,8	8,1	0,1	0,4	tr	0,4
P <sub>2</sub> O	17,3	15,0	17,3	22,4	14,6	22,5
P <sub>2</sub> L	2,5	1,3	2,5	0,8	3,3	0,8
PS <sub>2</sub>	0,9	4,2	tr	0,1	tr	0,1
POS	21,9	22,4	21,6	44,1	10,1	44,0
PO <sub>2</sub>	16,6	12,4	19,1	3,3	30,0	3,3
PLS	4,2	2,6	3,2	2,0	tr	2,0
POL	3,9	2,5	4,0	0,4	5,9	0,4
S <sub>3</sub>	tr	0,8	tr	tr	tr	tr
S <sub>2</sub> O	7,5	9,2	7,3	19,8	1,2	19,9
SO <sub>2</sub> +S <sub>2</sub> L	13,1	9,7	14,4	4,6	18,4	4,6
O <sub>3</sub>	5,1	3,9	5,7	0,7	7,7	0,6
SOL	2,5	1,7	2,8	0,5	5,2	0,5
Otros	0,8	0,6	1,3	0,2	2,7	0,3
XOX/(XXO+OXX)	99/1	99/1	99/1	-	99/1	99/1
Contenido etil de ácido graso (%) Nota 2)	30,0	22,7	31,9	14,4	30,4	tr

Nota 1) la composición TAG indica la composición de cada triglicérido en todos los triglicéridos.

20 XOX/(XXO+OXX) indica una proporción entre un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en cada una de las posiciones primera y tercera y un triglicérido que tiene un resto de ácido graso saturado en la posición segunda entre triglicéridos que tienen dos restos de ácido graso saturado y un grupo oleil

P: resto de ácido palmítico, S: resto de ácido esteárico, O: resto de ácido oleico, L: resto de ácido linoleico, y tr: traza.

Nota 2) el contenido de un etil de ácido graso indica un % de masa de un etil de ácido graso en todos los componentes.

5

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para producir grasas y aceites en el que la concentración de grasa XXX y/o diglicérido XX disminuye, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de grasa XOX y/o grasa XLX en triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular que tiene un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono; y después enfriar la mezcla y eliminar por cristalización un triglicérido (grasa XXX) que consiste en solo restos de ácido graso saturado y/o un diglicérido (XX) que consiste en solo restos de ácido graso saturado.
2. El método según la reivindicación 1, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de grasa XOX y/o grasa XLX en triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular que tiene un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono; después enfriar la mezcla y eliminar por cristalización un triglicérido (grasa XXX) que consiste en solo restos de ácido graso saturado y/o un diglicérido (XX) que consiste en solo restos de ácido graso saturado; y después enfriar el reactivo con agitación para cristalizar grasa XOX y/o grasa XLX, y llevar a cabo separación sólido-líquido.
3. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, que comprende las etapas de calentar y disolver triglicéridos que comprenden de 20 a 60% de masa de grasa XOX y/o grasa XLX en triglicéridos totales en presencia de 1 a 30% de masa de un éster de alquilo de ácido graso de bajo peso molecular que tiene un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono; después enfriar la mezcla y eliminar por cristalización un triglicérido (grasa XXX) que consiste en solo restos de ácido graso saturado y/o un diglicérido (XX) que consiste en solo restos de ácido graso saturado; y después fraccionar el reactivo con un disolvente(s) para cristalizar grasa XOX y/o grasa XLX, y llevar a cabo separación sólido-líquido.
4. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 que comprende la etapa de purificar el contenido sólido obtenido.