

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 495 991**

51 Int. Cl.:

C11B 3/00 (2006.01)

C11B 3/04 (2006.01)

C11B 3/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2011 E 11188382 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.06.2014 EP 2592133**

54 Título: **Desengomado enzimático**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
18.09.2014

73 Titular/es:

**ALFA LAVAL CORPORATE AB (100.0%)
Box 73
221 00 Lund, SE**

72 Inventor/es:

**SHEVCHENKO, ALEXEY y
HUA, LING**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 495 991 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

Desengomado enzimático

5 La presente invención se refiere a un método para el tratamiento de aceites vegetales y/o de grasas animales.

Antecedentes

10 La mayoría de los aceites grasos comestibles en bruto - de origen vegetal o animal – contienen impurezas que deben ser eliminadas antes de que el aceite sea adecuado para su consumo. También, los ácidos grasos para uso técnico a menudo tienen que ser purificados hasta cierto punto para hacerlos adecuados para su propósito.

15 La eliminación de las impurezas podría llevarse a cabo mediante un peso de desengomado y/o de winterización, y pueden combinarse en un proceso denominado proceso de desengomado en frío. Sin embargo, el proceso de desengomado en frío tradicional no siempre tiene éxito debido a que:

- la eficacia de separación es relativamente baja debido al aumento de la viscosidad de la goma a bajas temperaturas;
- la cristalización de la cera y el crecimiento cristalino son inhibidos, hasta cierto punto, por la presencia de gomas.

La invención

20 En consecuencia, la presente invención resuelve los problemas técnicos mencionados anteriormente mediante el nuevo método inventivo. Por lo tanto, la presente invención se refiere a un nuevo método para el tratamiento de aceites vegetales y/o de grasas animales para reducir el contenido en impurezas, tales como varios fosfolípidos, es decir, gomas, ceras y/o glicéridos de elevado punto de fusión. Un aspecto de la invención es proporcionar un método para eliminar eficazmente tanto los fosfolípidos como los glicéridos de elevado punto de fusión mediante una fosfolipasa al mismo tiempo. Otro aspecto de la invención es proporcionar un método para la utilización de las características de una reacción enzimática de forma que la goma que ha reaccionado tenga una viscosidad menor y una fuerza de emulsificación menor para conseguir una menor pérdida de aceite.

25 El principal propósito de un proceso de desengomado es la eliminación de los fosfolípidos del aceite. Para algunos tipos de aceite, tales como el aceite de semillas de girasol, el aceite de salvado de arroz, el aceite de maíz, el proceso de winterización es necesario para la eliminación de los glicéridos de elevado punto de fusión para evitar problemas en el uso de los aceites a baja temperatura o en un proceso posterior.

30 El proceso de desengomado enzimático ha demostrado ser eficaz en la eliminación de gomas. En los procesos de desengomado, los fosfolípidos son convertidos en lisofosfolípidos y ácidos grasos libres, es decir, FFA. Los lisofosfolípidos tienen mucha menos capacidad de emulsión y una viscosidad menor. Por lo tanto se espera que la separación a una temperatura menor en un proceso de desengomado enzimático sea mucho mejor que en un proceso convencional.

35 Por otro lado, dado que los lisofosfolípidos son solubles en agua, se espera que la mayoría de los lisofosfolípidos permanezca en la fase acuosa durante la cristalización y el crecimiento cristalino, por lo que la inhibición debida a la presencia de las gomas es eliminada.

En resumen, el proceso de desengomado enzimático en frío proporcionará la posibilidad de llevar a cabo simultáneamente el desengomado y el descerado, y con una pérdida significativamente baja de aceite neutro.

50 El nuevo método para el tratamiento de aceites vegetales y/o de grasas animales de acuerdo con la invención, comprende las siguientes etapas:

- (i) ajuste de los aceites vegetales y/o de las grasas animales a una temperatura en el intervalo de desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 90 °C, preferiblemente en el intervalo de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 90 °C;
- (ii) pretratamiento de los aceites vegetales y/o de las grasas animales con un ácido durante al menos 1 minuto;
- (iii) ajuste del pH con una solución alcalina hasta un pH en el intervalo de desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 8 a una temperatura de al menos 20 °C, obteniendo una mezcla acuosa, preferiblemente a una temperatura de al menos 40 °C;
- (iv) adición de las enzimas a la mezcla acuosa;
- (v) reducción de la temperatura de la mezcla acuosa hasta la temperatura de cristalización de los glicéridos de elevado punto de fusión;
- (vi) separación de la mezcla acuosa en una fase acuosa y una fase de aceites vegetales tratados y/o grasas animales tratadas fase; y
- (vii) opcionalmente tratamiento de la fase de los aceites vegetales tratados y/o de las grasas animales tratadas con agua caliente o con adsorción con sílice.

En la etapa (i) la temperatura de los aceites vegetales y/o de las grasas animales puede ajustarse en el intervalo de desde aproximadamente 60 hasta aproximadamente 90 °C.

5 En la etapa de pretratamiento (ii) los aceites vegetales y/o las grasas animales pueden tratarse con ácido durante entre aproximadamente 1 y aproximadamente 60 minutos, preferiblemente durante entre aproximadamente 5 y aproximadamente 60 minutos, lo más preferido durante entre aproximadamente 20 y aproximadamente 40 minutos.

10 El pH de la etapa (iii) puede ajustarse con una solución alcalina a un pH en un intervalo de desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 8 a una temperatura preferiblemente desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 60 °C. La solución alcalina de la etapa (iii) se elige de entre el grupo que consiste en hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, silicato de sodio, carbonato de sodio, carbonato de calcio, y una combinación de los mismos, preferiblemente hidróxido de sodio o hidróxido de potasio. De acuerdo con la invención, la mezcla de la solución alcalina de la etapa (iii) puede continuarse en el intervalo de desde aproximadamente 1 min hasta aproximadamente 4 horas.

15 La temperatura de la mezcla acuosa de la etapa (v) puede ajustarse mediante una velocidad de enfriamiento y mediante un tiempo de residencia para optimizar la cristalización, preferiblemente mediante una velocidad de enfriamiento en el intervalo de desde aproximadamente 0,5 grados por hora hasta aproximadamente 5 grados por hora, y un tiempo de residencia en el intervalo de desde aproximadamente 4 hasta 24 horas, preferiblemente desde 20 hasta 12 horas.

La temperatura de la mezcla acuosa en la etapa de separación (vi) puede ajustarse para facilitar la separación, preferiblemente la temperatura está en el intervalo de desde aproximadamente 15 hasta aproximadamente 50 °C.

25 La enzima en el tratamiento de la etapa (iv) puede ser una enzima fosfolipasa, preferiblemente una o más enzimas fosfolipasa A, o una o más enzimas fosfolipasa C, o una combinación de las mismas.

30 El ácido usado en etapa (ii) se elige de entre el grupo que consiste en ácido fosfórico, ácido acético, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido succínico, y una mezcla de los mismos, preferiblemente ácido fosfórico o ácido cítrico.

35 Algunos aspectos y formas de realización adicionales de la invención están definidos por las subreivindicaciones. La invención se ilustrará adicionalmente en los Ejemplos, que tienen el propósito de clarificar la invención y no de limitar su ámbito. Si no se establece de otro modo en los ejemplos y las tablas, el porcentaje se proporciona en tanto por ciento en peso (% en peso).

Ejemplos

40 El equipo usado en este experimento era un baño de aceite, matraces Erlenmeyer de 500 ml, un agitador magnético con calentamiento y control de la temperatura, un Ultra Turrax, una centrífuga de laboratorio. Los FFA son analizados de acuerdo con el método de acuerdo con la American Oil Chemists' Society, AOCS, Ca 5a-40, la humedad es analizada de acuerdo con el método AOCS Ca 2b-38, y el fósforo es analizado de acuerdo con el método DIN EN 14107.

Los materiales usados fueron:

- 45
1. Ácido cítrico, monohidratado
 2. Hidróxido de sodio, seco
 3. Enzima, Lecitase Ultra®, es decir, una enzima fosfolipasa A.
 4. Agua
- 50

Se calentó el aceite de semillas de girasol crudo en el horno a 70 °C para asegurar la fusión de todos los cristales de cera y su solución en el aceite. Se usaron dos matraces Erlenmeyer de 500 ml, A y B, uno para el desengomado enzimático profundo normal (A) y el otro para el desengomado enzimático profundo en frío (B). En cada matraz Erlenmeyer se añadieron 250 g de aceite, y los matraces se colocaron en un baño de aceite a 55 °C. El aceite se agitó con una varilla magnética durante toda la reacción, es decir, aproximadamente 350 rpm.

55

Se preparó una solución de ácido cítrico, es decir, 5 ml, mediante la solución de 1,78 g de ácido cítrico monohidratado en agua destilada. Se preparó una solución de hidróxido de sodio, es decir, 5 ml, mediante la solución de 0,5075 g de pellas de hidróxido de sodio en agua destilada.

60

En cada matraz se añadieron 0,5 ml de la solución de ácido cítrico, y la mezcla se mezcló mediante el uso de un Ultra Turrax a una elevada velocidad de aproximadamente 24.000 rpm, durante 1½ min. Después de 1 hora se añadieron 0,5 ml de una solución de NaOH y las mezclas se mezclaron con un Ultra Turrax durante 1½ min. En cada matraz se añadieron 0,012 ml de enzima junto con agua, sumando un total de 6 ml para cada muestra, y la mezcla se continuó durante 1½ min adicionales.

65

ES 2 495 991 T3

Después de 3 horas de tratamiento enzimático, el baño de aceite del matraz A se calienta a 80 °C para inactivar la enzima; mientras que el matraz B se trasladó junto con el agitador magnético al refrigerador (7 - 8 °C), y la agitación se mantuvo a aproximadamente 40 rpm durante una noche.

5 Después de ½ hora de calentamiento a 80 °C, el aceite del matraz A se centrifugó durante 5 min a 2.000 X g. Se analizaron la humedad, los FFA y el contenido en fósforo de la fase ligera (fase oleosa).

10 Después de una noche en agitación en el refrigerador, el matraz B y el agitador magnético se sacaron del refrigerador y la agitación se mantuvo a la temperatura ambiente (aproximadamente 22 °C) durante aproximadamente 15 min. El aceite del matraz B se centrifugó durante 5 min a 2.000 X g y se analizaron la humedad, los FFA y el contenido en fósforo en la fase ligera.

15 El contenido residual en fósforo en el aceite de desengomado es de únicamente aproximadamente 1 ppm, lo que implica que el desengomado de ambas muestras es completo.

Tabla

Análisis	Aceite crudo	Muestra A	Muestra B
Valor ácido [mg KOH/g]	0,84	0,85	0,82
Humedad [mg/kg]	947	1.342	669
Fósforo [mg/kg]	265	0,9	1,1

20 Por otro lado, se averiguó que se había eliminado un poco de cera junto con la goma a partir de la muestra del aceite en el desengomado enzimático profundo en frío (B) después de la separación por centrifugación. Sin embargo, la cantidad de cera no fue analizada en este experimento.

25 Conclusión: el aceite de semillas de girasol es desengomado con éxito en el proceso de desengomado enzimático en frío. Aunque la temperatura de separación es mucho menor que en un proceso de desengomado ordinario, el contenido residual en fósforo en el aceite desengomado enzimáticamente en frío está al mismo nivel que en el aceite desengomado ordinario.

REIVINDICACIONES

1. Un método para el tratamiento de aceites vegetales y/o de grasas animales, que comprende las siguientes etapas:
- 5 (i) ajuste de los aceites vegetales y/o de las grasas animales a una temperatura en el intervalo de desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 90 °C;
- (ii) pretratamiento de los aceites vegetales y/o de las grasas animales con un ácido durante al menos 1 minuto;
- 10 (iii) ajuste del pH con una solución alcalina hasta un pH en un intervalo de desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 8 a una temperatura de al menos 20 °C, obteniendo una mezcla acuosa;
- (iv) adición de las enzimas a la mezcla acuosa;
- (v) reducción de la temperatura de la mezcla acuosa hasta la temperatura de cristalización de los glicéridos de elevado punto de fusión;
- 15 (vi) separación de la mezcla acuosa en una fase acuosa y una fase de aceites vegetales tratados y/o de grasas animales tratadas; y
- (vii) opcionalmente tratamiento de la fase de los aceites vegetales tratados y/o de las grasas animales tratadas con agua caliente o con adsorción con sílice.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la temperatura de la etapa (i) se ajusta en un intervalo de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 90 °C.
3. El método de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que en la etapa de pretratamiento (ii) los aceites vegetales y/o las grasas animales se tratan con ácido durante entre aproximadamente 1 y aproximadamente 60 minutos, preferiblemente durante entre aproximadamente 5 y aproximadamente 60 minutos, lo más preferido durante entre aproximadamente 20 y aproximadamente 40 minutos.
- 25 4. El método de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 o 3, en el que el pH de la etapa (iii) se ajusta con la solución alcalina hasta un pH en un intervalo de desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 8 a una temperatura de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 60 °C.
- 30 5. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la temperatura de la mezcla acuosa de la etapa (v) se ajusta mediante una velocidad de enfriamiento y mediante un tiempo de residencia para optimizar la cristalización, preferiblemente mediante una velocidad de enfriamiento en el intervalo de desde aproximadamente 0,5 grados por hora hasta aproximadamente 5 grados por hora, y un tiempo de residencia en el intervalo de desde aproximadamente 4 hasta 24 horas, preferiblemente desde 6 hasta 12 horas.
- 35 6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la temperatura de la mezcla acuosa de la etapa de separación (vi) se ajusta para facilitar la separación.
- 40 7. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la temperatura de la mezcla acuosa de la etapa de separación (vi) se ajusta para facilitar la separación, preferiblemente la temperatura está en el intervalo de desde aproximadamente 15 hasta aproximadamente 50 °C.
- 45 8. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la enzima de la etapa de tratamiento (iv) es una enzima fosfolipasa, preferiblemente enzimas fosfolipasa A o enzimas fosfolipasa C, o una combinación de las mismas.
9. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el ácido de la etapa (ii) se elige de entre el grupo que consiste en ácido fosfórico, ácido acético, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido succínico y una combinación de los mismos, preferiblemente ácido fosfórico o ácido cítrico.
- 50 10. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la temperatura de la etapa (i) se ajusta para que esté en el intervalo de desde aproximadamente 60 hasta aproximadamente 90 °C.
- 55 11. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la mezcla de la enzima de la etapa (iv) se continúa en el intervalo de desde aproximadamente 1 min hasta aproximadamente 6 horas.
- 60 12. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la mezcla de la solución alcalina de la etapa (iii) se continúa en el intervalo de desde aproximadamente 1 min hasta aproximadamente 4 horas.
- 65 13. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que la solución alcalina de la etapa (iii) se elige de entre el grupo que consiste en hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, silicato de sodio, carbonato de sodio, carbonato de calcio y una combinación de los mismos, preferiblemente hidróxido de sodio o hidróxido de potasio.