

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 543 185**

51 Int. Cl.:

**C11B 15/00** (2006.01)

**C11B 7/00** (2006.01)

**A23D 9/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.06.2012 E 12737357 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2015 EP 2753680**

54 Título: **Procedimiento para la producción de aceite de triacilglicerol**

30 Prioridad:

**09.09.2011 MY PI2011004268**

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

**17.08.2015**

73 Titular/es:

**SIME DARBY MALAYSIA BERHAD (100.0%)  
19th Floor, Wisma Sime Darby Jalan Raja Laut  
Kuala Lumpur, 50350, MY**

72 Inventor/es:

**BIN MD.NOOR, AHMADILFITRI y  
BINTI OTHMAN, NOOR HIDAYU**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 543 185 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

Procedimiento para la producción de aceite de triacilglicerol

5 **Campo de la Invención**

La presente invención se refiere a un método para producción de aceite de triacilglicerol (TAG). Más particularmente, la presente invención se refiere a un método para producir un aceite TAG que contiene 96,5% o más de triacilglicerol a partir de aceite de palma refinado.

10

**Antecedentes de la Invención**

El aceite de palma, un aceite comestible y saludable bien equilibrado, es actualmente una fuente de energía importante para la humanidad. En el contexto actual, el aceite ha sido reconocido ampliamente como un aceite vegetal versátil y nutritivo, y como un aceite exento de grasas trans con un contenido rico en vitaminas y antioxidantes. El aceite de palma está disponible en una diversidad de formas: aceite de palma bruto, palmoleína, palmestearina, aceite de palma RBD, palmoleína fraccionada y fracción media de palma. El aceite de palma refinado es aceite de palma que ha sido refinado, blanqueado y desodorizado por un proceso físico de refinación, tal como por el uso de una columna de destilación. Como todos los aceites, el triacilglicerol (TAG) es un constituyente importante del aceite de palma. El aceite de palma normal contiene usualmente alrededor del 95% al 96% de triacilglicerol, hasta 5% de diacilglicerol (DAG) y otras materias insaponificables tales como ácidos grasos libres, humedad, suciedad y composiciones menores de materia grasa diferente de aceite.

15

20

25

Un aceite rico en TAG es aceite de palma que contiene un nivel de TAG mayor que el aceite de palma normal. La producción de aceite rico en TAG puede producir un aceite que es consistente, tiene control de proceso predecible, y tiene una mayor estabilidad para la industria de la freidura. Adicionalmente, el aceite rico en TAG es adecuado para uso como suplemento de la dieta que puede proporcionar energía al cuerpo humano y puede utilizarse como producto en la industria del tratamiento del peso.

30

35

40

La técnica anterior describe muchos métodos para producción de aceites TAG a partir de aceite de palma. Un método se describe en 5.849.940, titulado "fraccionamiento de triglicéridos", publicado el 15 de diciembre de 1998 que describe un método de producción de triglicéridos con al menos 12% en peso de SSU (S = ácidos grasos saturados; U = ácidos grasos insaturados) para conseguir un factor de enriquecimiento para un enriquecimiento en SSU de al menos 1,5. El método descrito se aplica a un proceso de fraccionamiento húmedo de dos pasos a partir de estearina de aceite de palma como un disolvente orgánico, tal como hexano o acetona, produciendo una fracción de estearina que está constituida predominantemente en triglicéridos SSS, SUS y SSU. La fracción de estearina se somete a un segundo fraccionamiento húmedo con un disolvente orgánico (de nuevo, hexano o acetona). La fracción de oleína se recoge como producto enriquecido en SSU (al menos 12% en peso). En otra realización, la fracción de oleína procedente del primer fraccionamiento húmedo, que está constituida predominantemente por triglicéridos UUU, SUU, SSU, y SUS. Esta fracción de oleína se somete a un segundo fraccionamiento húmedo y la fracción de estearina se recupera como composición de producto triglicéridos enriquecida en SSU. En este método, es un problema el hecho de que hay necesidad de someter el aceite a un proceso de fraccionamiento en dos pasos para obtener el producto deseado.

45

50

55

60

Otro método se describe en EP 0081881, titulado "A process for the solvent fractionation of palm oil stearines and products obtained with said process", publicado el 22 de junio de 1983, que describe un método para producir triglicéridos a partir de estearina de aceite de palma por fraccionamiento con disolvente. La estearina de aceite de palma se divide en tres fracciones. Una fracción está constituida por triglicéridos con un punto de fusión superior a 45°C, una segunda fracción está constituida por triglicéridos con un punto de fusión entre 33°C y 44°C y una tercera fracción está constituida por triglicéridos con un punto de fusión bajo, y es un aceite a la temperatura ambiente. El fraccionamiento se realiza por mezcladura de 1,0 a 6,0 ml de disolvente por gramo de grasa a 50°C; enfriamiento de la solución obtenida a 12°C hasta 14°C; recogida del precipitado formado; extracción del precipitado en condiciones específicas con un disolvente a una temperatura de 10°C para obtener una suspensión espesa; filtración de la suspensión espesa procedente del paso de extracción, dando como resultado un producto de punto de fusión alto y un filtrado; enfriamiento del filtrado a 1°C hasta 3°C y recogida del nuevo precipitado obtenido. El nuevo precipitado se extrae una vez más con disolvente fresco en condiciones muy específicas para obtener una segunda suspensión espesa. La segunda suspensión espesa se filtra para obtener un producto de punto de fusión intermedio y un segundo filtrado. El segundo filtrado se somete luego a una eliminación del disolvente para obtener el aceite líquido. En este método, es un problema el hecho de que hay necesidad de realizar procesos de extracción y filtración dobles para obtener el producto de triglicéridos final.

Un método adicional se describe en WO 95/26391, titulado "Fraccionamiento de aceites triglicéridos" publicado el 5 de octubre de 1995, que describe un proceso para separar una fracción sólida de un aceite triglicérido parcialmente cristalizado. El proceso comprende los pasos de calentamiento del aceite, enfriamiento lento y cristalización del

aceite triglicérido para obtener una fase de estearina sólida y una fase de oleína líquida, y recuperación de la fase de estearina por separación de la misma de la fase de oleína. Sin embargo, este proceso requiere un paso de adición que consiste en añadir al aceite una sustancia modificadora de la cristalización antes que comience la cristalización del aceite.

5 Por consiguiente, es deseable encontrar un método alternativo de producción de un aceite TAG que reduzca la cantidad de pasos necesarios en el proceso al tiempo que simplifique cada paso, y que produce un aceite TAG con un mayor contenido de triacilglicerol en comparación con el aceite de palma refinado normal.

## 10 Sumario de la Invención

Los anteriores y otros problemas se resuelven, consiguiéndose además un avance en la técnica por un método para la producción de aceite TAG a partir de aceite de palma refinado conforme a esta invención. Es una ventaja de un método conforme a esta invención el hecho de que el aceite TAG producido conforme al método de la invención  
15 contiene 96,5% o más de triacilglicerol. Una segunda ventaja de esta invención es que el método reduce la cantidad de pasos necesarios en el proceso al tiempo que simplifica cada paso en la obtención de un aceite TAG con nivel de TAG más elevado que el aceite de palma refinado normal.

Conforme a una realización de esta invención, el método se realiza de la manera siguiente. El método comienza por calentamiento de una fuente de aceite que contiene triacilglicerol a una temperatura entre 45°C y 100°C. La fuente de aceite se enfría rápidamente a una temperatura en el intervalo de 0°C a 35°C para formar una fracción sólida dentro de la fuente de aceite. La fracción sólida y la fuente de aceite se mantienen luego a la misma temperatura de cristalización durante un periodo entre 5 y 500 minutos antes de separar la fracción sólida de la fuente de aceite por  
20 filtración. La fracción sólida obtenida por la filtración contiene 96,5% o más de triacilglicerol.

25 Se proporciona una fracción sólida de un aceite que contiene 96,5% o más de triacilglicerol, producida de acuerdo con el método de esta invención.

## 30 Descripción de la Invención

La presente invención proporciona un proceso para producir un aceite de triacilglicerol (TAG) que contiene 96,5% o más de triacilglicerol, a partir de aceite de palma refinado.

Conforme a la presente invención, el aceite de palma refinado se calienta primeramente a una temperatura entre 35 45°C y 100°C, preferiblemente entre 50°C y 80°C, y más preferiblemente entre 55°C y 75°C. El aceite de palma refinado se calienta para fundir el aceite antes que comience la cristalización del aceite. El aceite fundido se enfría a una temperatura de cristalización deseada por un método de enfriamiento rápido. Puede utilizarse cualquier método adecuado de enfriamiento rápido. Preferiblemente, el aceite fundido se enfría en un frigorífico u otra unidad de refrigeración adecuada. El aceite se enfría una temperatura entre 0°C y 35°C, con preferencia entre 5°C y 25°C, más  
40 preferiblemente entre 10°C y 20°C. Preferiblemente, el tiempo requerido para enfriar el aceite a la temperatura predeterminada está comprendido entre 5 y 200 minutos, más preferiblemente entre 10 y 150 minutos, y aún más preferiblemente entre 20 y 100 minutos. El proceso de enfriamiento se lleva a cabo por medio de cristalización estancada, es decir, sin agitación alguna del aceite. El enfriamiento del aceite da como resultado la formación de cristales sólidos dentro de una fase líquida del aceite.

45 Después que el aceite se enfría a la temperatura predeterminada, el aceite se mantiene a dicha temperatura durante un periodo de tiempo adicional. Preferiblemente, el aceite se mantiene a dicha temperatura durante un periodo entre 5 y 500 minutos, más preferiblemente entre 25 y 450 minutos, y aún más preferiblemente entre 50 y 350 minutos. El mantenimiento de la temperatura del aceite durante un periodo de tiempo predeterminado puede dar como resultado la formación de cristales sólidos más uniformes en el aceite. Adicionalmente, el periodo de tiempo predeterminado  
50 permite una mejor interacción sólido-líquido entre los cristales sólidos y la fase líquida del aceite para alcanzar la fase de equilibrio.

Después de enfriar el aceite, los cristales sólidos y la fase líquida del aceite (o aceite en suspensión espesa) se separan. Conforme a una realización de la invención, la separación se efectúa por filtración. Antes de la filtración, la temperatura del filtro-prensa se ajusta conforme a la temperatura predeterminada utilizada para el proceso de enfriamiento a fin de evitar que los cristales sólidos se deformen cuando los cristales sólidos se transfieren al filtro-prensa. El prensado de los cristales sólidos se efectúa a una presión de 2 bar ( $2 \times 10^5$  Pa), seguido por 4 bar ( $4 \times 10^5$  Pa) y finalmente 6 bar ( $6 \times 10^5$  Pa) en el periodo de llenado de cada presión que se mantiene durante  
60 aproximadamente 10 minutos. Son necesarios aproximadamente 30 minutos de prensado para separar los cristales sólidos del aceite en suspensión espesa. Un experto en la técnica reconocerá que pueden utilizarse otros métodos de filtración sin apartarse de la invención, siendo el método exacto utilizado una elección de diseño que se deja a los expertos en la técnica.

Después que los cristales sólidos se separan del aceite en suspensión espesa, los cristales sólidos (o la fracción sólida) y el aceite en suspensión espesa (o fracción líquida) se pesan para determinar el rendimiento del proceso de separación. El rendimiento de la fracción líquida es el peso del filtrado, mientras que el rendimiento de la fracción sólida es el peso de la masa de cristales (torta) que queda en la tela del filtro. La fracción sólida y la fracción líquida obtenidas por el método se analizan para determinar el valor de yodo (IV), la cantidad de triglicéridos presente, el punto de fusión por deslizamiento (SMP) y el contenido de grasa sólida (SFC) de las separaciones respectivas.

El valor de yodo indica el grado de insaturación del aceite. El mismo se mide conforme al método de test MPOB p3.2:2004, método descrito en Ainie et al., "Determination of Iodine Value (WJIS) for Palm Oil and Palm Oil Products", p3.2:2004. Este método es técnicamente equivalente a un método industrial descrito en ISO3961:1996, "Animal and Vegetable Fat and Oils". El valor de yodo estándar del aceite de palma refinado es IV 50-55; el de la palmestearina RBD es IV 28-45 y el de la palmoleína RBD es IV 56-60.

El triglicérido (TG) es un compuesto químico formado por una molécula de glicerol y tres moléculas de ácido graso. La composición del TG se analiza conforme al método de test MPOB p3.3:2004, método descrito en Ainie et al., "Method of Test for Palm Oil and Palm Oil Products: Determination of Triacylglycerol by Gas Chromatography: Section 1: Triacylglycerol Composition by Carbon Number", utilizando Agilent Technologies Gas Liquid Chromatograph (GLC), modelo Clarus 500. Este método es conocido también como el Método IUPAC 2.321 (1987), método descrito en "Determination of Mono-, Di-, and Triglycerides by Column Chromatograph", (1987).

El punto de fusión por deslizamiento (SMP) es una temperatura a la cual una columna de grasa de longitud especificada comienza a ascender en un tubo capilar abierto. El mismo se determina conforme al método de test MPOB p4.2:2004, método descrito en Ainie et al., "Method of Test for Palm Oil and Palm Oil Products: Determination of Slip Melting Point", p4.2:2004. El punto de fusión por deslizamiento estándar del aceite de palma refinado es 33°C a 39°C, el de la palmestearina RBD es 47°C a 54°C, y el de la palmoleína RBD es 19°C a 24°C.

El contenido de grasa sólida (SFC) se define como el porcentaje del lípido total que es sólido a una temperatura particular que influye en muchas de sus propiedades sensoriales y físicas. El mismo se mide conforme al método de test MPOB p4.8:2004, método descrito en "Determination of Solid Fat Content by Pulsed Nuclear Magnetic Resonance (pNMR) Section 1: Direct Method". La muestra de aceite se analiza utilizando un Analizador Bruker Minispec pulsed-Nuclear Magnetic Resonance (pNMR) Modelo no. 120 (Hamburgo, Alemania). Este test está basado en un test descrito en ISO8292:19 (E), "Animal and Vegetable Fats and Oils" y en los Métodos Oficiales AOCS Cd 16b-93, "Solid Fat Content at Low Resolution Nuclear Magnetic Resonance". El porcentaje de contenido de grasa sólida de cada fracción se mide en función de las temperaturas. El contenido estándar de grasa sólida (SFC) del aceite de palma refinado es aproximadamente 26%, el de la palmestearina RBD es aproximadamente 25% a 71% a 20°C, y el de la palmoleína RBD es aproximadamente 0% a 9°C a 20°C.

Los ejemplos que siguen se proporcionan para ilustrar y describir adicionalmente las realizaciones específicas particulares de la presente invención, y no deben interpretarse en modo alguno como limitantes de la invención a los procedimientos, condiciones o composiciones específicos descritos en esta memoria.

## EJEMPLOS

### Ejemplo 1: Producción de aceite con alto contenido de TAG a partir de RBDPO por filtración

Se prepararon 8 muestras, cada una de las cuales contenía 500 g de aceite de palma refinado. Cada muestra se calentó a 60°C hasta que el aceite se licuó completamente. El aceite se enfrió luego en un frigorífico por medio de cristalización estancada hasta que se alcanzaron temperaturas deseadas de 0°C, 5°C, 10°C, 15°C, 17°C, 20°C, 25°C y 30°C. Cada muestra se prensó luego inmediatamente en un filtro-prensa hidráulico durante 30 minutos en un periodo de llenado de aproximadamente 10 minutos para separar la fracción sólida formada durante el proceso de cristalización de la fracción líquida. Después de la filtración, las fracciones separadas se pesaron para medir el rendimiento de la fracción líquida y la fracción sólida. Se llevó a cabo también análisis del aceite para determinar la característica fisicoquímica del aceite rico en TAG obtenido por el método. Los resultados de los rendimientos obtenidos y el análisis del aceite se proporcionan en la TABLA 1.

Puede observarse por la Tabla 1 que la fracción sólida del aceite o el aceite de palma sólido contiene un nivel de TAG más alto que el aceite de palma refinado normal. El porcentaje máximo de triglicérido se registró a una temperatura de cristalización de 30°C, que era 97,21% en comparación con el aceite de palma refinado normal de 96,16%. El rendimiento obtenido fue 13,54% en peso de aceite de palma sólida. A esta temperatura, el aceite de palma sólido tiene el IV mínimo; 38,39, el SMP máximo: 53°C, y también el contenido de grasa sólida (SFC) máximo, 62,85% a 20°C.

TABLA 1

Parámetro	T = 0°C		T = 5°C		T = 10°C		T = 15°C		T = 17°C		T = 25°C		T = 25°C		T = 30°C	
	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido	Aceite de palma	Aceite de palma sólido
Rendimiento (%)		87,45		86,07		57		37,29		39,05		25,62		19,03		13,54
IV	52,025	50,716	50,38	50,85	51,605	46,54	52,42	42,23	51,73	41,37	52,07	38,77	53,56	39,03	51,86	38,29
SMP	37,97	39	38,03	39,17	38,33	43,87	39	50,67	38,17	50,47	38,97	51,27	37,73	52,4	37,57	53
TG(%):																
Total																
TG(%)	96,2	96,91	95,45	96,42	95,86	96,65	95,13	96,2	95,69	96,92	95,98	96,92	96,26	96,96	96,16	97,21
DG(%)	3,07	3,8	5,73	3,58	4,14	3,34	4,87	3,8	4,29	3,09	4,02	3,07	3,73	3,03	3,85	2,8
SFC (%):																
10°C	52,65	58,04	53,44	59,13	52,46	68,52	53,85	74,23	52,08	73,69	53,17	75,30	53,29	75,31	53,52	75,24
20°C	24,92	30,64	25,36	32,19	25,35	46,87	25,30	57,30	24,90	57,64	25,42	60,81	25,58	61,97	25,44	62,85
30°C	8,39	10,72	8,28	11,47	8,53	19,96	8,05	29,06	7,92	29,66	7,71	34,87	8,24	38,08	8,11	40,66
35°C	4,63	6,03	4,485	6,57	4,41	12,96	4,52	19,86	4,18	20,68	4,44	25,83	4,66	29,95	4,43	33,46
40°C	0,467	1,458	0,717	1,616	0,608	6,129	0,542	12,026	0,603	13,03	0,45	18,42	0,565	22,496	0,755	25,744

Ejemplo 2: Producción de aceite con alto contenido de TAG por filtración

Se repitió el Ejemplo 1 tomando en consideración el tiempo de retención del aceite que se ha enfriado a dos temperaturas de cristalización diferentes: 17°C y 30°C. El proceso de cristalización se modificó por mantenimiento de la temperatura deseada durante tres periodos de tiempo diferentes a fin de producir un aceite de palma de fase sólida constante antes de separar la fracción sólida de la fracción líquida. El rendimiento y el análisis del aceite obtenido se proporcionaron en la TABLA 2.

Los resultados muestran que por mantenimiento de la temperatura de cristalización durante cierto periodo de tiempo, el nivel de triglicéridos en el aceite de palma sólido puede aumentarse adicionalmente hasta un mínimo de 96,5%.

A una temperatura de 17°C, el porcentaje máximo de triglicéridos obtenido era 97,52% después de mantener la temperatura de cristalización a 17°C durante 1 hora. El mantenimiento ulterior de la temperatura de cristalización durante hasta 5 horas daba también como resultado un aceite de palma sólido que contenía más de 97% de triglicéridos.

A una temperatura de 30°C, el porcentaje máximo de triglicéridos obtenido fue 98,17% después de mantener la temperatura de cristalización a 30°C durante 5 horas. Esto indica que el TAG elevado máximo puede obtenerse por mantenimiento de la temperatura de cristalización durante cierto periodo de tiempo entre las diferentes temperaturas de enfriamiento. La tendencia de aumento de triglicéridos entre los tres periodos diferentes de tiempo de retención muestra el mismo patrón que la temperatura previa.

TABLA 2

Parámetro	T = 17°C					T = 30°C				
	Aceite de palma	0 horas	1 horas	3 horas	5 horas	Aceite de palma	0 horas	1 horas	3 horas	5 horas
	Aceite de palma sólido									
Rendimiento (%)		35,71	35,35	44,02	52,09		11,78	11,88	6,79	13,26
IV	52,55	40,02	37,85	42,46	43,68	51,74	36,86	36,59	31,86	29,52
SMP	38,1	51,4	50	47,9	44,4	38,6	51,3	53,5	55,5	55
TG (%) :										
Total :										
TG (%)	96,67	97,45	97,52	97,39	97,41	96,61	97,02	97,62	97,34	98,17
DG (%)	3,13	2,55	2,48	2,61	2,59	3,39	2,98	2,38	3,66	1,83
SFC (%):										
10°C	54,17	76,317	75,313	72,289	70,78	52,49	69,79	76,356	82,788	86,91
20°C	25,15	60,289	58,25	52,914	49,39	24,61	54,011	64,116	73,948	78,93
30°C	8,06	32,408	30,111	25,521	22,29	8,32	33,061	43,703	54,795	60,19
35°C	3,92	21,265	19,273	15,686	13,07	3,70	23,6	34,192	43,387	48,68
40°C	0,50	14,742	12,566	9,632	7,21	0,65	19,201	28,312	36,948	40,91

Lo que antecede es una descripción de la materia objeto que el inventor considera como su invención y se cree que otras personas pueden diseñar y diseñarán sistemas alternativos que incluyen esta invención basados en la descripción que antecede.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para producir un aceite de triacilglicerol, comprendiendo el método:
- 5 -calentar una fuente de aceite que contiene triacilglicerol a una temperatura entre 45°C y 100°C;  
enfriar rápidamente la fuente de aceite a una temperatura en el intervalo de 0°C a 35°C para formar una fracción  
sólida dentro de la fuente de aceite;  
mantener la fracción sólida y la fuente de aceite a la misma temperatura durante un periodo entre 5 y 500 minutos  
sensible al enfriamiento de la fuente de aceite; y  
10 separar la fracción sólida de la fuente de aceite por filtración, en el que la fracción sólida contiene 96,5% o más de  
triacilglicerol.
2. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fracción sólida y la fuente de aceite se mantienen durante  
un periodo entre 25 y 450 minutos.
- 15 3. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fracción sólida y la fuente de aceite se mantienen durante  
un periodo entre 50 y 350 minutos.
4. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se enfría a una temperatura en el intervalo  
de 5°C a 25°C.
- 20 5. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se enfría a una temperatura en el intervalo  
de 10°C a 20°C.
- 25 6. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se enfría a dicha temperatura entre 5 y 200  
minutos.
7. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se enfría a dicha temperatura durante 10 a  
150 minutos.
- 30 8. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se enfría a dicha temperatura durante 20 a  
100 minutos.
9. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se calienta a una temperatura entre 50°C y  
80°C.
- 35 10. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se calienta a una temperatura entre 55°C  
y 75°C.
- 40 11. El método conforme a la reivindicación 1, en el que la fuente de aceite se selecciona del grupo constituido por  
aceite de palma refinado, blanqueado y desodorizado RBDPO) y aceite de palma bruto (CPO).