

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 551 751**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/353** (2006.01)

**C07C 51/50** (2006.01)

**C07C 67/333** (2006.01)

**C07C 67/62** (2006.01)

**C11C 3/14** (2006.01)

**C07C 57/12** (2006.01)

**C07C 69/587** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.02.2010 E 10250232 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.09.2015 EP 2332901**

54 Título: **Proceso de preparación de ácidos grasos conjugados y sus ésteres**

30 Prioridad:

**14.12.2009 CN 200910249088**

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

**23.11.2015**

73 Titular/es:

**STEPAN SPECIALTY PRODUCTS, LLC (50.0%)**

**1209 Orange Street**

**Wilmington, DE, US y**

**ANQING ZHONGCHUANG BIOENGINEERING CO., LTD. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**YAN, YOUCHUN;**

**CHENG, SHUHONG y**

**MONSTER, JEROEN**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 551 751 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Proceso de preparación de ácidos grasos conjugados y sus ésteres

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para producir un ácido graso di- o poliinsaturado conjugado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, o su sal o éster.

10 Se sabe que los isómeros conjugados de ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga tienen beneficios potenciales, por ejemplo cuando se utilizan en productos alimenticios. Los ejemplos de tales ácidos incluyen los isómeros de ácido linoleico conjugado (ALC); normalmente, los isómeros cis 9, trans 11, trans 10 y cis 12 son los isómeros presentes más abundantes en ALC, y se presentan en general en una relación en peso 1:1 cuando se sintetizan químicamente. Los isómeros conjugados pueden producirse a partir de los correspondientes ácidos grasos no conjugados, usualmente mediante isomerización en presencia de una base.

15 El documento EP-A-0799033 desvela un proceso para producir isómeros conjugados en los que se utiliza etilenglicol. Sin embargo, el etilenglicol tiene la desventaja de que es muy difícil de eliminar por completo del producto de reacción del proceso de isomerización. Además, los rendimientos de los isómeros poliinsaturados conjugados deseados en el producto de reacción de la conversión en presencia de la base son relativamente bajos.

20 Según el documento WO 97/46230, los ácidos linoleicos conjugados pueden obtenerse mediante la isomerización del ácido linoleico o aceite de cártamo sometiendo el material de partida a la base (KOH) en propilenglicol a 180 °C. El producto de reacción contiene cantidades relativamente grandes de isómeros distintas a los isómeros linoleicos conjugados deseados. Esto puede deberse a las condiciones de reacción severas. El documento EP-A-0839897 también describe un proceso para producir ácidos linoleicos conjugados sometiendo grasas que contienen ácido  
25 linoleico en base en propilenglicol.

El documento EP-A-0902082 desvela un proceso para la preparación de materiales que comprenden principalmente isómeros conjugados de ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga en los que un aceite o una composición de  
30 ácido graso libre o su composición de alquil éster, que contiene al menos el 25 % en peso de al menos un isómero distinto a los isómeros conjugados de ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga, se somete a un tratamiento con una base en un disolvente y en el que el disolvente es un alcohol con al menos 3 átomos de C y al menos dos grupos hidroxilo que tienen una relación del número de átomos de C, número de grupos OH de al menos 1,25 aunque  
35 menos de 3,5, preferentemente de 1,5 a 2,75, mientras que la reacción se lleva a cabo entre 100 y 180 °C, más preferentemente entre 120 y 180 °C.

El documento US 2.242.230 desvela un proceso para producir la conjugación en polienos no conjugados. El proceso se lleva a cabo en condiciones no acuosas y cualquier agua que se forma en el proceso se elimina de la reacción. El proceso se lleva a cabo en presencia de una base que es una solución alcohólica de KOH seco en alcohol seco o una solución de un alcóxido de metal alcalino en alcohol formada mediante la reacción del metal alcalino con el  
40 alcohol. Se evita la presencia de agua, puesto que el documento enseña que el agua inhibe la reacción y reduce el rendimiento.

Sastry *et al.*, "*Isomerised Safflower Oil*", Paint Manufacture, vol 40, N° 8, 1 de agosto de 1970, páginas 32 a 34, describe la isomerización de aceite de cártamo seguido de la elaidinización para obtener isómeros trans, trans. La reacción se lleva a cabo a 210-215 °C y las cantidades sustanciales de isómeros trans, trans se obtienen durante la primera etapa de isomerización.  
45

Moore, "*Spectroscopic changes in fatty acids*", Biochemical Journal, vol 31, 1937, páginas 138-154, se refiere a los cambios en los espectros de absorción de UV de grasas tratadas con hidróxido de sodio. Tras la saponificación, las grasas se calentaron a reflujo durante 24 horas.  
50

El documento US 6479683 desvela un proceso para producir ésteres de ácido graso conjugado mediante la reacción de un éster con un catalizador de alcóxido de metal alcalino en un alcohol monohídrico. Es evidente que a partir de los materiales utilizados, el proceso se lleva a cabo en ausencia de agua.  
55

El documento EP-A-1493801 desvela un proceso para producir un ácido graso di- o poliinsaturado conjugado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, o su sal o éster, que comprende hacer reaccionar un ácido graso libre no conjugado, o su sal o éster, con una base en presencia de un disolvente que comprende un alcohol monohídrico que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, en el que la reacción se realiza a una temperatura de 120 °C a 200 °C en presencia de agua en una cantidad de al menos 4 % en peso basado en alcohol.  
60

Se ha descubierto que los procesos que utilizan etanol y agua del tipo descrito en el documento EP-A-1493801, cuando se llevan a cabo a gran escala, pueden tener la desventaja de que el producto puede contener cantidades significativas de ésteres etílicos del ácido graso conjugado. Aunque los ésteres etílicos se presentan en una cantidad relativamente pequeña (normalmente 1,5 a 2,5 % en peso del producto), pueden ser muy difíciles de eliminar y por lo tanto la pureza total del producto se reduce a niveles indeseables.  
65

El documento US 7.115.759 se refiere a la fabricación de ALC utilizando catalizadores de alcoholato. El alcohol residual se manifiesta al eliminarse mediante lavado de ácido leve (por ejemplo, con ácido cítrico) o mediante la separación rápida de las fases tras la acidificación con ácido fuerte.

- 5 El documento WO 2006/082093 desvela un proceso para la preparación de un material que comprende isómeros conjugados de un ácido graso poliinsaturado que comprende tratar una primera mezcla de ácido graso que comprende ácidos grasos saturados, ácidos grasos monoinsaturados y ácidos poliinsaturados en presencia de etanol para formar (i) una fracción sólida y (ii) una fracción líquida que comprende una segunda mezcla de ácido graso, en la que la segunda mezcla de ácido graso tiene una mayor relación molar de ácidos grasos poliinsaturados  
10 totales a ácidos grasos saturados y monoinsaturados totales que la primera mezcla de ácido graso; separar la fracción sólida y la fracción líquida; y someter la segunda mezcla de ácido graso o su derivado o producto de reacción al tratamiento con una base en presencia de un disolvente, para formar isómeros conjugados de al menos algunos de los ácidos grasos poliinsaturados.
- 15 Los inventores han descubierto actualmente un proceso para producir ácidos grasos di- o poliinsaturados conjugados que tienen de 12 a 24 átomos de carbono, o sus sales o ésteres, que emplea un disolvente alcohólico que comprende etanol pero que mejora las desventajas del proceso descrito previamente permitiendo la formación de un producto que tiene un contenido más bajo de ésteres. Por lo tanto, el producto final puede hacerse más puro.
- 20 Por consiguiente, la invención proporciona un proceso para producir un ácido graso di- o poliinsaturado conjugado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, o su sal o éster, que comprende hacer reaccionar un ácido graso libre no conjugado, o su sal o éster, con una base en presencia de un disolvente alcohólico que comprende etanol; y separar el ácido graso conjugado de la mezcla de reacción, en la que la separación del ácido graso conjugado de la mezcla de reacción comprende poner en contacto la mezcla de reacción con un solución acuosa de sal y eliminar una fase  
25 líquida que comprende la solución de sal y al menos una parte del disolvente de una fase sólida que comprende una sal del ácido graso conjugado.

La invención se basa parcialmente al menos en el hallazgo de que la formación de ésteres entre el ácido graso y el disolvente es un problema cuando el proceso se lleva a cabo a gran escala, el conocimiento de que el problema  
30 ocurre durante la separación del producto de ácido graso de la mezcla de reacción como resultado de la presencia del disolvente y ácido en esta etapa y el hallazgo inesperado de que la adición de una solución de sal causa que el disolvente se separe de manera más efectiva a partir de los sólidos que comprenden el ácido graso libre conjugado como su sal.

- 35 Los ácidos grasos conjugados son di- o poliinsaturados, es decir, contienen al menos dos dobles enlaces carbono-carbono. Normalmente, los ácidos grasos contienen 2, 3, 4 o 5 dobles enlaces carbono-carbono, preferentemente dos dobles enlaces carbono-carbono. Los dobles enlaces carbono-carbono se conjugan entre sí (es decir, se separan entre sí en la molécula por un enlace simple carbono-carbono). Los materiales de partida que se utilizan en el proceso comprenden los correspondientes ácidos grasos no conjugados, es decir, los dobles enlaces carbono-carbono se separan entre sí en la molécula por más de un enlace simple carbono-carbono y se separan  
40 preferentemente entre sí por un grupo metileno.

El término ácido graso y los términos relacionados utilizados en el presente documento, se refiere a ácidos carboxílicos que comprenden un grupo alquilo o alquenoilo (que comprende dos o más dobles enlaces carbono-carbono) que pueden ser de cadena lineal o ramificada, pero se prefiere la cadena lineal. El ácido carboxílico  
45 contiene de 12 a 24 átomos de carbono, preferentemente de 14 a 22 átomos de carbono, más preferentemente de 16 a 20 átomos de carbono y más preferentemente 18 átomos de carbono, incluyendo el átomo de carbono del grupo de ácido carboxílico. El ácido graso no conjugado y el ácido graso conjugado son preferentemente ácidos grasos C18:2, más preferentemente son ácido linoleico y ácido linoleico conjugado (ALC). Los ácidos grasos pueden ser mezclas de dos o más ácidos grasos o sus isómeros.  
50

El ácido graso que se produce en el proceso de la invención puede ser un ácido graso libre, o su sal o éster, o una mezcla de dos o más de estos materiales. Las sales incluyen sales con metales alcalinos y metales alcalinotérreos tales como sodio, potasio, calcio y magnesio, preferentemente sodio o potasio. Los ésteres incluyen mono-, di- y tri-  
55 glicéridos y sus mezclas, y ésteres de alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> (en los que el grupo alquilo puede ser una cadena lineal o ramificada). Normalmente, las sales y los ácidos libres se producen en el proceso. Las sales pueden convertirse a ácidos libres aumentando el pH de la mezcla de reacción al final del proceso. Los ácidos libres pueden convertirse a ésteres mediante reacciones de esterificación que se conocen bien en la materia.

60 El ácido graso libre no conjugado, o su sal o éster, que se utiliza como el material de partida para el proceso, se selecciona preferentemente entre el grupo que consiste en aceites vegetales, ácidos libres obtenidos a partir de estos aceites y ésteres de alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> de estos ácidos libres (en los que el grupo alquilo puede ser una cadena lineal o ramificada). El ácido graso no conjugado, o su sal o éster, puede presentarse en el material de partida en una cantidad de 10 a 100 % en peso, más preferentemente de 25 % a 100 % en peso, como por ejemplo, 25 % a 90  
65 % en peso. Los materiales de partida preferentes son aceites vegetales, y es más preferente que el aceite vegetal que se selecciona entre aceite de girasol, aceite de colza, aceite de soja, aceite de cártamo, aceite de linaza y sus

mezclas. El aceite de cártamo es un aceite vegetal particularmente preferente.

5 El disolvente alcohólico que se utiliza en la invención comprende etanol y puede comprender además alcohol monohídrico que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, o sus mezclas. Preferentemente, el disolvente comprende además agua en una cantidad de al menos 4 % en peso basado en alcohol. Otros codisolventes puede presentarse en cantidades de hasta el 50 % en peso basado en alcohol, preferentemente hasta el 40 %, más preferentemente hasta el 30 %, como por ejemplo hasta el 20 % o hasta el 10 % en peso basado en alcohol. Sin embargo, preferentemente el disolvente no comprende de manera sustancial ningún codisolvente distinto a alcohol y agua o comprende dichos otros codisolventes en una cantidad de menos del 5 %, más preferentemente de menos del 2 %, incluso más preferentemente de menos de 1 %, como por ejemplo menos del 0,1 % en peso basado en alcohol. Preferentemente, la cantidad de agua es del 5 % al 35 % en peso basado en alcohol. El contenido de agua se refiere al contenido de agua total e incluye agua presente en los materiales de partida así como cualquier agua añadida. El agua puede obtenerse a partir de agua añadida al sistema y/o puede estar ya presente en el disolvente alcohólico o en los otros materiales de partida en el proceso, incluyendo la base y el ácido graso. Por lo tanto, en función del contenido de agua de los materiales de partida, puede o no puede ser necesario añadir agua al sistema. La cantidad de agua en el proceso de la invención puede determinarse mediante métodos bien conocidos en la materia, mediante el análisis de los materiales de partida y/o la mezcla de reacción. Un ejemplo adecuado de un método para determinar el contenido de agua es el método de Karl Fischer.

20 La reacción se lleva a cabo preferentemente como se describe en el documento EP-A-1493801.

25 La reacción se lleva a cabo en presencia de una base. La base aumenta el pH de la mezcla de reacción. La base es adecuadamente, por ejemplo, un hidróxido de metal alcalino seleccionado entre hidróxido de potasio, hidróxido de sodio y sus mezclas. La relación molar de base a ácido graso libre no conjugado, o su sal o éster, que se emplea en el proceso se encuentra preferentemente en el intervalo de 2:1 a 15:1.

30 Las condiciones del proceso para llevar a cabo la reacción pueden variar en función de la relación molar y el rendimiento deseados del producto. La reacción se lleva a cabo normalmente a una temperatura superior al punto normal de ebullición del alcohol (es decir, el punto de ebullición a presión atmosférica), aunque pueden emplearse temperaturas inferiores. Generalmente, cuanto mayor sea la temperatura de reacción, más rápida es la velocidad a la que transcurre la reacción. La reacción se lleva a cabo a una temperatura de 120 °C a 200 °C, preferentemente de 140 °C a 160 °C. Cuando se lleva a cabo la reacción a una temperatura superior al punto de ebullición del alcohol, la reacción se lleva a cabo a una presión superior a la presión atmosférica en un recipiente que puede resistir presiones superiores a la presión atmosférica.

35 La reacción se lleva a cabo durante un tiempo y a una temperatura para formar un producto que comprende más del 60 % en peso, más preferentemente más del 70 % en peso, basado en el ácido graso total, su sal y sus ésteres de los isómeros cis-9, trans-11, trans-10, cis-12 del ácido graso conjugado.

40 La reacción se lleva a cabo durante un tiempo y a una temperatura para formar un producto que comprende menos del 3 % en peso de ácido linoleico y sus sales y ésteres, basado en el ácido graso total y sus sales y ésteres.

45 Preferentemente, la reacción produce isómeros trans, trans de ácidos grasos conjugados en una cantidad de menos del 5 %, más preferentemente menos del 3 %, incluso más preferentemente menos del 1 %, siendo dichos porcentajes en peso basados en el ácido graso total y su sal y ésteres. De este modo, la cantidad de isómeros trans, trans en el ácido graso conjugado que es el producto del proceso es preferentemente menos del 5 %, más preferentemente menos del 3 %, incluso más preferentemente menos del 1 %, siendo dichos porcentajes en peso basados en el ácido graso total y su sal y ésteres.

50 En el proceso de la invención, una solución acuosa de sal se pone en contacto con la mezcla de reacción después de que se haya llevado a cabo la reacción.

55 La solución acuosa de sal puede comprender otros disolventes, tales como etanol, además de agua. Preferentemente, la solución de sal comprende al menos 50 % en peso de agua basado en el peso de los disolventes presentes, más preferentemente al menos 75 % en peso, como por ejemplo al menos 90 % en peso basado en el peso de los disolventes presentes. Más preferentemente, la solución de sal comprende agua como el único disolvente.

60 Aunque la etapa de poner en contacto la mezcla de reacción con una solución acuosa de sal implica normalmente mezclar la mezcla de reacción con una solución de la sal, ha de reconocerse que el proceso puede implicar de manera alternativa poner en contacto la mezcla de reacción con la sal en forma sólida si la sal es suficientemente soluble en agua presente en el disolvente alcohólico y si la cantidad de agua en el disolvente es suficiente para disolver la sal.

65 La solución de sal ayuda a eliminar el etanol de la sal del ácido graso conjugado del producto. La solución de sal permite un aumento en la cantidad de alcohol del disolvente que se va a eliminar cuando la fase líquida se separa de

la fase sólida que comprende la sal de ácido graso del producto.

La mezcla de reacción comprende material orgánico que incluye la sal del ácido graso conjugado. La sal del ácido graso se forma como resultado de la presencia de la base en la mezcla de reacción. Sin desear quedar ligado a teoría alguna, se cree que en el proceso convencional, la fase orgánica atrapa un poco de alcohol del disolvente evitando que pase a la fase acuosa. La adición de la sal aparece para ayudar en la liberación del alcohol de la fase orgánica y esto reduce la posibilidad de la formación de éster.

La solución de sal se añade preferentemente a la mezcla de reacción acidificada y a continuación la mezcla resultante (es decir, de la solución de sal y la mezcla de reacción) se agita preferentemente o se mezcla de otra manera.

La sal puede ser una sal simple o una mezcla de dos o más sales.

Preferentemente, la sal tiene una solubilidad en agua de al menos 1 g por 100 ml, más preferentemente al menos 10 g por 100 ml, a 25 °C. La sal puede estar saturada o insaturada en la solución.

Las sales preferentes son inorgánicas. No se piensa que la naturaleza precisa sea crítica. Más preferentemente son sales inorgánicas que son no tóxicas y se disponen fácilmente a bajo coste. Por ejemplo, las sales preferentes incluyen sales de metal alcalino o sales de metal alcalinotérreo de un haluro, sulfato, nitrato o fosfato.

Los ejemplos de sales adecuadas son cloruro de sodio, cloruro de potasio, cloruro de magnesio, cloruro de calcio, sulfato de sodio, sulfato de potasio, sulfato de magnesio, nitrato de sodio, nitrato de potasio, nitrato de magnesio, nitrato de calcio, fosfato de sodio, fosfato de potasio (fosfatos que pueden ser mono, di o tribásico) y sus mezclas.

La sal más preferente es el cloruro de sodio.

Por lo tanto, en una realización preferente, la invención proporciona un proceso para producir ácido linoleico conjugado (ALC), o su sal o éster, que comprende hacer reaccionar un ácido graso libre no conjugado C18:2, o su sal o éster, con una base en presencia de un disolvente que comprende etanol; y separar el ALC de la mezcla de reacción, en la que la separación del ALC de la mezcla de reacción comprende poner en contacto la mezcla de reacción con una solución de cloruro de sodio acuoso y eliminar una fase líquida que comprende la solución de cloruro de sodio y al menos una parte del etanol de una fase sólida que comprende una sal del ALC.

Las etapas de separación del proceso de la invención se llevan a cabo preferentemente a presión ambiente y a una temperatura de 20 °C a 90 °C.

De manera opcional, el proceso de separación comprende la eliminación de la parte del disolvente de la mezcla de reacción, por ejemplo mediante evaporación, antes de ponerse en contacto con la solución de sal.

La eliminación de la fase líquida de la fase sólida implica preferentemente separar básicamente la capa acuosa inferior de los sólidos y esto puede conseguirse por métodos conocidos tales como, por ejemplo, decantación o filtración.

La fase sólida que comprende la sal del ácido graso conjugado se acidifica preferentemente para formar el ácido graso conjugado libre. La acidificación puede llevarse a cabo utilizando ácidos inorgánicos, tales como ácido sulfúrico acuoso. El ácido graso libre se separa a continuación de la fase acuosa, y se lava y se seca opcionalmente. El ácido graso libre puede de forma opcional purificarse, por ejemplo mediante destilación.

El proceso de la invención comprende opcionalmente una o más etapas adicionales, tales como la formación de mono-, di- o tri- glicérido del ácido graso conjugado.

El proceso de la invención puede llevarse a cabo de forma discontinua o como un proceso continuo. El proceso es adecuado para su uso a gran escala en un aparato adecuado, es decir, capaz de la producción de ácidos grasos conjugados o sus sales o ésteres en una cantidad de más de 50 kg, más preferentemente más de 100 kg, por día. Cuando el proceso se realiza de forma discontinua, se lleva a cabo preferentemente durante un tiempo de 1 a 10 horas, preferentemente 2 a 6 horas.

Es una ventaja particular del proceso de la invención que puede llevarse a cabo a una escala relativamente grande mientras que se producen bajas cantidades de ésteres de ácido graso conjugado. El término plural "ésteres" se utiliza para reflejar el hecho de que se presentarán generalmente los diferentes isómeros del ácido graso conjugado y, por lo tanto, el producto contendrá diferentes compuestos de éster. Normalmente, el producto contiene dichos ésteres, preferentemente ésteres de etilo, en una cantidad de 0,01 % a 2 % en peso, más preferentemente 0,2 % a 1,2 % en peso, como por ejemplo, 0,6 % a 1,0 % en peso, basado en el ácido graso total y su sal y ésteres. La determinación de la cantidad de ésteres en el producto puede llevarse a cabo mediante métodos conocidos por los expertos en la materia.

El producto del proceso contiene preferentemente cantidades relativamente bajas de dialquil cetona (DAKs). Preferentemente, el producto contiene dialquil cetonas en una cantidad de menos de 100 ppm, más preferentemente menos de 50 ppm, incluso más preferentemente menos de 25 ppm. Las dialquil cetonas son normalmente de fórmula RR'CO, en la que R y R' son iguales o diferentes y son grupos alquilo saturados o grupos alqueno-

5

10

insaturados que tienen al menos un doble enlace carbono-carbono (preferentemente uno o más dobles enlaces), los grupos alquilo y alqueno-

Los productos de la invención pueden utilizarse como tales. Alternativamente, los productos de la invención pueden utilizarse como los materiales de partida para una modificación adicional, tal como el enriquecimiento en un isómero, tal como los isómeros cis 9, trans 11 o trans 10, cis 12 del ácido linoleico conjugado. Por ejemplo, el producto puede utilizarse como el material de partida para un proceso para enriquecer una mezcla que contiene diferentes isómeros conjugados del mismo ácido graso poliinsaturado de cadena larga en uno de los isómeros, como se describe en el documento WO 97/18320. Los productos del proceso pueden utilizarse en un producto alimenticio, suplemento alimenticio o un producto farmacéutico. Los productos de la invención se utilizan opcionalmente como una mezcla con una grasa complementaria. Por ejemplo, la mezcla puede comprender 0,3-95 % en peso, preferentemente 2-80 % en peso, más preferentemente 5-40 % en peso del producto de la invención y 99,7-5 % en peso, preferentemente 98-20 % en peso, más preferentemente 95-60 % en peso de una grasa complementaria seleccionada entre manteca de cacao, equivalentes de manteca de cacao, aceite de palma o sus partes, aceite de nuez de palma o sus fracciones, mezclas interesterificadas de dichas grasas o sus partes, o aceites líquidos, seleccionados entre aceite de girasol, aceite de girasol alto oleico, aceite de soja, aceite de colza, aceite de semilla de algodón, aceite de pescado, aceite de cártamo, aceite de cártamo alto oleico, aceite de maíz y aceites MCT. Los productos alimenticios (término que incluye el pienso) contienen una fase grasa, en la que la fase grasa contiene el producto de la invención. Los productos alimenticios se seleccionan adecuadamente entre el grupo que consiste en pastas para untar, margarinas, cremas, aliños, mayonesas, helados, productos de panadería, alimentos infantiles, chocolate, golosinas, salsas, rebozados, queso y sopas. Los suplementos alimenticios o productos farmacéuticos pueden estar en forma de cápsulas u otras formas, adecuadas para la aplicación enteral o parenteral y comprenden un producto de la invención.

15

20

25

30

El proceso de la invención se describirá a continuación con referencia a los siguientes ejemplos no limitativos. En los ejemplos y a lo largo de la presente memoria descriptiva, todos los porcentajes, partes y relaciones están en peso, a menos que se indique lo contrario.

35

### **Ejemplos**

#### Ejemplo 1

Se equipó un recipiente a presión encamisado de 1000 litros con un agitador mecánico y provisto de un conector de nitrógeno. La temperatura del recipiente se controló inyectando vapor o agua fría en la camisa.

40

Los materiales que se utilizaron en el proceso fueron aceite de cártamo (300 kg), base (pellets de hidróxido de sodio; 110 kg) y como disolvente una mezcla de etanol (280 kg) y agua (20 kg).

45

La conjugación del aceite de cártamo se llevó a cabo de la siguiente manera. Se colocaron 300 kg de aceite de cártamo en el recipiente de reacción. 110 kg de pellets de hidróxido, disueltos en los 300 kg de disolvente, se añadieron al recipiente de reacción y la mezcla obtenida se calentó a 150 °C mientras se agitaba en nitrógeno. La reacción se dejó continuar durante 3 horas. La mezcla se enfrió a 120 °C en el recipiente a presión y se transfirió a otro recipiente para eliminar el etanol.

50

Se añadieron 100 kg de solución saturada de cloruro de sodio en agua a la mezcla seguido de la agitación durante 15 minutos. A continuación las capas se dejaron separar durante 30 minutos. Se decantó la capa inferior.

55

La mezcla de la capa superior se colocó en una solución de ácido sulfúrico al 10 %, la capa inferior se descartó y la capa superior se lavó con agua caliente hasta que se alcanzó pH 7. La capa lavada se secó finalmente a 80 °C durante 1 hora, se almacenó en nitrógeno y se presentó para su análisis. La mezcla final se purificó adicionalmente mediante destilación.

60

El producto se analizó por éster metílico del ácido graso (EMAG), ésteres etílicos de los ácidos grasos y dialquil cetonas.

#### Ejemplo 2 (Ejemplo comparativo)

El Ejemplo 1 se repitió sin la etapa de adición de la solución saturada de cloruro de sodio.

65

## ES 2 551 751 T3

### Resultados

Los resultados analíticos fueron los siguientes:

<b>Ejemplo</b>	<b>Ejemplo 1</b>	<b>Ejemplo 2 (comparativo)</b>
FFA (%)	98	97
Éster metílico del AG (%)	0	0
<b>Éster etílico del AG (%)</b>	<b>0,8</b>	<b>1,69</b>
DAK (ppm)	0	0
ALC C14:0	0,1	0,1
ALC C16:0	6,8	6,8
ALC C16:1	0,1	0,1
ALC C18:0	2,5	2,5
ALC ALC TT	0,8	1,0
ALC CL911C	0,9	0,9
ALC CL1012	0,8	0,8
ALC CL1113	0,4	0,1
ALC C18:1C	12,4	12,4
ALC ALC OX	0,2	0,2
ALC C18:2T	0,6	0,5
ALC C18:2C	0,6	0,7
ALC C20:0	0,3	0,3
ALC C20:1C	0,2	0,2
ALC C22:0	0,2	0,2
ALC SAFA	10,0	10,0
ALC CT.ISO	73,0	73,1
911CT ALC	36,4	36,4
ALC 1012TC	36,6	36,7
ALC TALC	76,1	76,0
Otros ALC	0,1	0,13

5

El proceso de la invención consiguió una reducción sustancial en ésteres etílicos en comparación con el proceso de la técnica anterior.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para producir un ácido graso di- o poliinsaturado conjugado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, o su sal o su éster, que comprende hacer reaccionar un ácido graso libre no conjugado, o su sal o su éster, con una base en presencia de un disolvente alcohólico que comprende etanol, y separar el ácido graso conjugado de la mezcla de reacción, en donde la separación del ácido graso conjugado de la mezcla de reacción comprende poner en contacto la mezcla de reacción con un solución acuosa de sal y eliminar una fase líquida que comprende la solución de sal y al menos una parte del disolvente de una fase sólida que comprende una sal del ácido graso conjugado.
- 10 2. Proceso según la reivindicación 1, en el que la sal en la solución acuosa de sal tiene una solubilidad en agua de al menos 1 g por 100 ml a 25 °C.
- 15 3. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la sal en la solución acuosa de sal es inorgánica.
- 20 4. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la sal en la solución acuosa de sal es una sal de metal alcalino o de metal alcalinotérreo de un haluro, sulfato, nitrato o fosfato.
- 25 5. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la sal en la solución acuosa de sal es cloruro de sodio.
6. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la solución acuosa de sal está saturada.
7. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la reacción se lleva a cabo a una temperatura de 120 °C a 200 °C.
- 30 8. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la reacción se lleva a cabo en presencia de agua en una cantidad de al menos en 4 % en peso basado en alcohol.
- 35 9. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el ácido graso no conjugado y el ácido graso conjugado son ácidos grasos C18:2.
10. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además la acidificación de la sal del ácido graso conjugado para formar el ácido graso libre.
- 40 11. Proceso según la reivindicación 10, que comprende además la etapa de purificación del ácido graso conjugado.
12. Proceso según la reivindicación 10 o la reivindicación 11, que comprende además la etapa de formación de un mono-, di-, o triglicérido del ácido graso conjugado.
- 45 13. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el ácido graso libre no conjugado, o su sal o su éster, se selecciona entre el grupo que consiste en aceites vegetales, ácidos libres obtenidos a partir de estos aceites y ésteres de alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> de estos ácidos libres.
14. Proceso según la reivindicación 13, en el que el aceite vegetal se selecciona entre aceite de girasol, aceite de colza, aceite de soja, aceite de cártamo, aceite de linaza y sus mezclas.