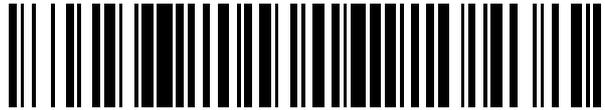


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 555 178**

51 Int. Cl.:

**C11B 1/10** (2006.01)

**A23D 9/00** (2006.01)

**A23J 1/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2007 E 07763817 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.09.2015 EP 2038388**

54 Título: **Procedimiento de extracción acuosa de aceite de material de partida de semillas oleaginosas**

30 Prioridad:

**27.06.2006 CA 2551070**

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

**29.12.2015**

73 Titular/es:

**BUNGE GLOBAL INNOVATION, LLC. (100.0%)  
50 Main Street  
White Plains NY 10606, US**

72 Inventor/es:

**MAENZ, DAVID D.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 555 178 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 de extracción acuosa de aceite de material de partida de semillas oleaginosas

**Antecedentes de la invención**

5 La presente invención se refiere en general al uso de agua y ajuste del pH para la extracción de aceite de un material de partida de semillas oleaginosas, sin el uso de disolventes orgánicos.

10 Los actuales procedimientos comerciales para la recuperación de aceite de semillas oleaginosas están basados en prensas de tornillo para la extracción mecánica del aceite, disolvente orgánico para la extracción de aceite, o una combinación de los procesos basados en prensa de tornillo más disolvente orgánico. El uso de disolventes orgánicos da lugar a una recuperación >96 % de la totalidad del aceite de semillas. Sin embargo, el uso de un disolvente orgánico en un procedimiento conlleva preocupaciones sobre seguridad para los seres humanos y riesgos medioambientales. Estos factores junto con la infraestructura adicional y sistemas de control requeridos para manipular el uso de disolventes orgánicos han llevado a los procesadores de semillas oleaginosas, junto con gobiernos y grupos medioambientales a considerar esquemas alternativos que no requieren disolventes orgánicos.

15 Los sistemas basados en prensas de tornillo con disolvente no orgánico no consiguen en la actualidad niveles comparables de recuperación de aceite y, por tanto, son económicamente poco ventajosos con respecto a los sistemas basados en disolventes orgánicos. Usando de semillas de colza o colza como material de partida de semillas oleaginosas, de forma típica, un procedimiento basado en una prensa de tornillo generará una torta con un contenido en aceite residual de 8-12 % de materia seca. Suponiendo un contenido en aceite de partida típico de la semilla integral de un 44 % de materia seca, el resultado neto es una eficiencia de la recuperación de aceite de 20 83-89 % del aceite de semilla integral.

25 La extracción acuosa de aceite de material de semillas oleaginosas tiene potencial como procedimiento basado en disolvente no orgánico para la extracción de aceite de un material de partida de semillas oleaginosas. Sin embargo, los procedimientos acuosos deben proporcionar una recuperación de aceite mejorada con respecto a los procedimientos basados en prensa de tornillo con disolvente no orgánico no acuoso si estos procedimientos van a tener una aplicación práctica y considerarse como alternativas viables al uso de disolventes orgánicos.

30 Se ha descrito un procedimiento de extracción de aceite acuoso sin disolvente aplicado a semilla de colza (Aqueous Enzymatic Extraction of Oil from Rapeseeds, Dinamarca 1991-1994, Manufacture of Food Products and Beverages #14, Olsen) en el que, se muelen en seco semillas integrales, se cuecen, se suspenden en agua, se muelen en húmedo y la suspensión se trata con un cóctel de enzimas degradadoras de fibra. Se da a conocer que el tratamiento con enzimas altera las estructuras celulares que rodean el aceite de forma tal que se libera aceite libre en la fase líquida. El aceite se recupera a continuación usando una centrífuga de discos apilados para la separación aceite-agua. La recuperación de aceite indicada es comparable a la obtenida con procedimientos basados en prensas de tornillo sin disolvente convencionales y no alcanza las eficiencias obtenidas con procedimientos basados en disolventes. Además, Olsen no enseña el prensado antes de la recuperación del aceite acuoso sin disolvente y no enseña la modificación de pH alcalino de la suspensión acuosa para mejorar la liberación de aceite de los compuestos y 35 estructuras insolubles en la suspensión.

40 Se ha dado a conocer de un procedimiento acuoso basado en enzimas con disolvente no orgánico para recuperar aceite de semilla de colza (Zhang *et al.*, J. Am. Oil Chem. Soc., 84:97-105, 2007) en el que se descascarilla en seco semilla de colza integral, se suspende en agua, se muele en húmedo, se trata con enzimas degradadoras de fibra a pH 5, se extrae en medio alcalino, se trata con una proteasa alcalina a pH 9 y la suspensión se separa en un aceite libre, emulsión, fase acuosa y precipitante. Zhan *et al.* no enseñan el prensado de la semilla integral antes de la aplicación de agua y el procedimiento no es directo, requiriendo varias etapas de incubación, y el uso de un cóctel de enzimas degradadoras de fibra y enzimas degradadoras de proteína, que puede ser prohibitivo desde el punto de vista económico a escala comercial.

45 Se ha descrito un procedimiento para la recuperación acuosa de aceite con disolvente no orgánico a partir de semilla de colza (Embong and Jelen, J. Inst. Can. Sci. Technol. Aliment., 10:239-243, 1977) en el que se muele semilla de colza, se suspende y se hierve con agua y se ajusta el pH a 7,3. La suspensión se muele en seco a continuación, se ajusta el pH a 6,6, se agita y se separa por centrifugación en sólidos, líquido y fase en emulsión. La emulsión se desemulsiona a continuación y se recupera el aceite. Embong and Jelen no enseñan el prensado antes de la recuperación acuosa de aceite y no enseñan la modificación del pH de la suspensión hasta un pH > 8 para conseguir 50 una liberación óptima del aceite de los compuestos y las estructuras insolubles en la suspensión.

55 Ruecker *et al.* (patente de Estados Unidos 6,750,048) enseñan un procedimiento exento de disolvente orgánico para extraer lípidos a partir de microorganismos. El procedimiento conlleva lisar y luego lavar las células con una solución de lavado acuosa para producir un lípido no emulsionado. Sin embargo, Ruecker *et al.* no enseñan un procedimiento exento de disolvente orgánico para la extracción de aceite de semillas oleaginosas.

Aunque Dunford and King (patente de Estados Unidos 6,677,469) enseñan un procedimiento exento de disolvente orgánico para la extracción con fluido supercrítico aplicada a material que contiene triglicéridos, el procedimiento usa

dióxido de carbono bajo una presión extrema como es típico de la extracción con fluidos supercríticos. Dunford and King no enseñan la extracción acuosa y la recuperación de aceite de materiales de partida que tienen aceites.

5 Rohr, *et al.* (patente de Estados Unidos 6,344,573) enseñan un procedimiento basado en disolvente no orgánico para la extracción de vitaminas liposolubles y hormonas de residuos y subproductos de productos animales y vegetales. El procedimiento conlleva la saponificación de los componentes saponificables del material de partida con una elevada concentración de base, hacer reaccionar los jabones con metal y a continuación secar y separar la mezcla en componentes saponificables y no saponificables. Sin embargo, Rohr *et al.* no enseñan el prensado de un material que tiene semilla oleaginosa seguido de la adición de agua y modificación del pH para liberar el aceite libre en la fase líquida de la suspensión.

10 El documento EP0805630 enseña un procedimiento de producción de un producto que contiene proteínas de lino y mucílago de lino, procedimiento en el cual se prensan semillas de lino en frío y/o en caliente y, si se desea, se vuelven a extraer con un disolvente adecuado para separar el aceite de linaza.

15 Por consiguiente, existe una necesidad de un procedimiento sencillo y asequible de extracción de aceite a partir de un material de partida de semillas oleaginosas con un disolvente no orgánico, que conduzca a rendimientos mejorados de aceite y sea comparable a las eficiencias obtenidas con los procedimientos basados en disolvente.

### Compendio de la invención

20 La presente invención se refiere a un procedimiento de recuperación, aislamiento y obtención de aceite a partir de materiales de partida de semillas oleaginosas sin el uso de disolventes orgánicos. El procedimiento de la presente invención incluye las etapas de prensar un material de partida de semillas oleaginosas, crear una suspensión acuosa con el material sólido prensado, generar de una forma dependiente del pH un aceite libre en la suspensión y separar y recuperar el aceite libre de la suspensión.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la extracción acuosa de aceite a partir de un material de partida de semillas oleaginosas que comprende las siguientes etapas:

- 25 (a) prensar un material de partida de semillas oleaginosas para producir un aceite y un material sólido que contiene aceite residual;
- (b) suspender el material sólido con agua para crear una suspensión;
- (c) añadir compuesto alcalino suficiente a la suspensión para aumentar el pH de la suspensión hasta un pH de 8 o superior;
- 30 (d) separar la suspensión en una fracción enriquecida en proteína insoluble y una fase líquida de aceite en agua; y
- (e) separar el aceite de la fase líquida de aceite en agua.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención descrita en la presente memoria, el procedimiento incluye las etapas adicionales de:

- (f) precipitar la proteína soluble de la suspensión en la etapa (c);
- 35 (g) separar dicha proteína precipitada de la suspensión con dicha fracción enriquecida en proteína insoluble, en la etapa (d).

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención se proporciona un procedimiento para la extracción acuosa de aceite a partir de un material de partida de semillas oleaginosas que comprende las siguientes etapas:

- 40 (a) prensar un material de partida de semillas oleaginosas para producir un aceite y un material sólido que contiene aceite residual;
- (b) suspender el material sólido con agua para crear una suspensión;
- (c) retirar los sólidos fibrosos de dicha suspensión en la etapa (b) para generar una fracción fibrosa y una fase líquida de proteína más aceite en agua;
- 45 (d) añadir suficiente compuesto alcalino a la fase líquida de proteína más aceite en agua en la etapa (c) para aumentar el pH hasta un pH de 8 o superior;
- (e) separar la suspensión de la etapa (d) en una fracción enriquecida en proteína insoluble y una fase líquida de aceite en agua; y
- (f) separar el aceite de la fase líquida de aceite en agua en la etapa (e).

De acuerdo con otro aspecto de la invención descrita en el presente documento, el procedimiento definido antes incluye las etapas adicionales de:

- (g) precipitar la proteína soluble de la suspensión en la etapa (d);
- (h) separar dicha proteína soluble precipitada con dicha fracción enriquecida en proteína insoluble, en la etapa (e).

**Breve descripción de los dibujos**

FIG. 1 es un diagrama de flujo del procedimiento para la extracción acuosa de aceite de un material de partida de semillas oleaginosas de acuerdo con una realización de la presente invención.

FIG. 2 es un diagrama de flujo del procedimiento para la extracción acuosa de aceite de un material de partida de acuerdo con una segunda realización de la presente invención que muestra una etapa opcional de precipitación de proteína.

FIG. 3 es un diagrama de flujo del procedimiento para la extracción acuosa de aceite de un material de partida de acuerdo con una tercera realización de la presente invención que incorpora una etapa de separación de la fracción fibrosa.

FIG. 4 es un diagrama de flujo del procedimiento para la extracción acuosa de aceite de un material de partida de acuerdo con una cuarta realización de la presente invención que muestra una etapa opcional de precipitación de proteína incorporada en el procedimiento mostrado en la FIG. 3.

**Descripción detallada de la presente invención**

Los materiales de partida para su uso en la presente invención incluyen cualquier semilla oleaginosa o materiales de partida de semillas oleaginosas procedentes de cultivos tales como soja, *Brassica sp.* incluyendo, aunque sin quedar limitados a los mismos canola y colza, semillas de girasol, semillas de algodón, sésamo o cártamo. Las semillas oleaginosas contienen típicamente de aproximadamente 20 por ciento de aceite a aproximadamente 40 por ciento de aceite (en peso), variando el porcentaje con el tipo de semilla oleaginosa. Algunas semillas oleaginosas también contienen elevados niveles de fibra que no es deseable y la facilidad de separación puede variar con el tipo de semilla oleaginosa. Elevados niveles de fibra o sus productos de degradación en el aceite extraído pueden afectar a su calidad.

De acuerdo con la presente invención, la semilla oleaginosa se somete a una serie de tratamientos secuenciales con el fin de extraer el aceite sin el uso de disolventes orgánicos como se apreciará a partir de los diagramas de flujo en las FIG. 1-4. Como se describe más adelante y se observa en las figuras, algunos tratamientos son opcionales.

Las semillas integrales del material de partida de semillas oleaginosas de forma típica se limpian, descascarillan y acondicionan como es típico para las prácticas comerciales para mejorar la eficiencia de recuperación del aceite. En algunos casos, no obstante, las semillas integrales son demasiado pequeñas para ser descascarilladas de forma eficaz.

La FIG. 1 es un diagrama de flujo del procedimiento de acuerdo con la presente invención. La FIG. 2 es un diagrama de flujo de la presente invención que incorpora una etapa de precipitación de proteínas opcional. La FIG 3. es un diagrama de flujo de otra realización de la presente invención que incorpora una etapa de descascarillado acuosa. La FIG 4. es un diagrama de flujo del procedimiento descrito en la FIG. 3 que incorpora una etapa de precipitación de proteínas opcional.

Como puede apreciarse en las FIGS. 1-4, en una primera etapa de la presente invención, ilustrada como etapa (a), se presan las semillas integrales. De forma típica, la semilla acondicionada se prensa por procedimientos conocidos en la técnica, en una prensa de baja presión, con el fin de generar una fase oleosa y una torta prensada de material sólido, a la que con frecuencia se hace referencia como torta de pre-prensado. Típicamente, aproximadamente un 50 % del aceite de semilla total se separa y recupera durante este procedimiento de prensado inicial, conteniendo la torta prensada todavía una porción de aceite residual. La torta prensada puede procesarse opcionalmente a través de un prensado completo de las semillas oleaginosas de alta presión para generar más aceite y una "torta de doble prensado". Típicamente, un total de 85 % del aceite de semilla se recupera por la combinación de pre-prensado más el prensado completo de las semillas. Recuperaciones de aceite similares pueden obtenerse por prensado completo directo de las semillas, sin embargo, las velocidades de procesado a través del prensado completo son considerablemente menores y así para plantas más grandes son necesarios un número adicional de costosos prensados completos de baja capacidad. Como tales, las plantas más grandes usan el procedimiento de doble prensa para el prensado de semillas oleaginosas. Este prensado inicial de las semillas oleaginosas proporciona una recuperación de aceite comparable a la que se obtiene con los procedimientos no basados en disolventes optimizados que aplican agua directamente a la semilla integral.

La torta de semillas oleaginosas contiene porciones no oleosas de la semilla integral más aceite residual. Este aceite

residual recuperado de la torta de pre-prensado o de la torta de doble prensado (en lo sucesivo denominado genéricamente como "torta de semillas oleaginosas") de acuerdo con la presente invención puede combinarse más adelante con el aceite procedente del procedimiento de prensado inicial para proporcionar una mayor eficiencia global de recuperación de aceite sin el uso de disolventes.

5 En una segunda etapa de la presente invención, se añade agua a la torta de semillas oleaginosas para formar una suspensión acuosa, como se muestra en la etapa (b) en cada una de las FIGS. 1-4. La mezcla se agita seguidamente para garantizar que la mezcla sea homogénea. La temperatura de la mezcla no es crítica, pero se prefiere que sea la temperatura ambiente o superior. Se prefiere de forma particular calentar la mezcla ligeramente hasta una temperatura de 50 °C hasta 70 °C puesto que esto puede tener el efecto de aumentar la solubilidad de algunos componentes.  
10 También puede precalentarse agua y luego añadirse a la torta de semillas oleaginosas. El período de mezcla no es crítico y períodos de, por ejemplo, 10 a 60 minutos son adecuados. El agua se añade a la torta de semillas oleaginosas en una cantidad suficiente para crear una suspensión, como es conocido por un experto en la técnica. Se han obtenido resultados favorables cuando se suspenden semillas de canola con una proporción de 5 partes de agua a 1 parte de torta de semillas oleaginosas. Sin embargo, también se obtuvieron resultados positivos cuando se suspenden semillas de canola con entre aproximadamente 3,5 a 7 partes de agua a 1 parte de torta de semillas oleaginosas.

Como se ha citado antes, las FIGS. 3 y 4 presentan una realización de la presente invención que incorpora una etapa de descascarillado acuoso. El descascarillado acuoso es una etapa opcional usada cuando se usa material de partida de semillas oleaginosas no descascarillado (como en el caso de semillas de canola) y en la suspensión están presentes sólidos fibrosos. En esta etapa opcional, los sólidos fibrosos se retiran de la suspensión. La suspensión  
20 puede filtrarse con el fin de separar la fracción fibrosa cargada de cáscaras. Esto puede conseguirse mediante cualquier procedimiento adecuado conocido en la técnica, incluyendo el paso a través de un tamiz. Tamices con aberturas de 25 micrómetros son los más pequeños usados preferiblemente y tamices con aberturas de 500 micrómetros son los más grandes usados preferiblemente. En particular, los tamices preferidos son tamices que tienen aberturas de 75 micrómetros a tamices que tienen aberturas de 250 micrómetros. Los fragmentos no fibrosos pequeños de restos de semilla sin cáscara pasarán a través del tamiz. Una vez se han retirado los sólidos fibrosos, estos dejarán una suspensión descascarillada que consiste en fragmentos de restos de semilla sin cáscara que contienen proteínas insolubles más una fase líquida de aceite en agua. El componente acuoso contendrá proteínas solubles totalmente disueltas, carbohidratos y minerales. Como tal, la proteína total en la suspensión descascarillada  
25 consiste en una combinación de proteínas insolubles en fragmentos de restos de semilla sin cáscara y proteínas solubles en la fase acuosa. La etapa de descascarillado acuoso también podría llevarse a cabo después de la etapa de ajuste del pH descrita más adelante, aunque esta conduzca a resultados menos eficaces.

En una tercera etapa de la presente invención, la suspensión acuosa se trata entonces con material alcalino para ajustar su pH, hasta un pH mayor o igual que pH 8. El pH preferido está en el intervalo de 9 a 10. Aunque pueden obtenerse buenos resultados a mayor pH, el límite superior preferido de pH es 12. Esta manipulación del pH ayuda a la liberación del aceite de la proteína y otros sitios de unión en la semilla oleaginosa y forma parte del procedimiento de recuperación de aceite acuoso. A pH alcalino, el aceite existe en la suspensión fundamentalmente como aceite libre no ligado. El material alcalino seleccionado puede ser cualquier material adecuado que no sea tóxico y fácil de usar. Bases a modo de ejemplo que son útiles en el procedimiento de la presente invención incluyen, aunque sin estar limitadas a las mismas, NaOH, KOH o CaO o CaOH<sub>2</sub>. En esta etapa, la suspensión contendrá una fracción de proteína y una fase líquida de aceite en agua. Las proteínas presentes en la suspensión acuosa pueden ser tanto insolubles como solubles.  
35

En una cuarta etapa de la presente invención mostrada como etapa (d) en la FIG. 1 y etapa (e) en la FIG. 3, todos los materiales insolubles se separan para producir una fracción de sólidos enriquecidos en proteína y una fase líquida exenta de sólidos. Esto puede llevarse a cabo mediante cualquier medio conocido en la técnica. Procedimientos de separación de sólidos-líquido típicos son centrifugación que usa la gravedad para separar sólidos del líquido o compresión-filtración en la que todos los sólidos quedan atrapados en una estera filtrante que se comprime para mejorar la eficiencia global de la separación sólidos-líquido. Una vez separado, esto conducirá a la fase de aceite en agua deseada, que puede contener proteínas solubles, carbohidratos y minerales. Opcionalmente, la fracción de sólidos puede resuspenderse en agua y lavarse para mejorar el flujo de aceite a la fase líquida de aceite en agua.  
45

En una etapa opcional que se ilustra como etapa (f) en la FIG. 2 y etapa (g) en la FIG. 4, las proteínas solubles presentes en la suspensión pueden precipitarse también en la suspensión acuosa usando cualquiera forma conocida por un experto en la técnica, incluyendo, aunque sin quedar limitada a, desnaturalización térmica de las proteínas solubles. Esto también puede ayudar a solubilizar otros materiales orgánicos presentes en la suspensión. Con el fin de conseguir esto, se prefiere que la temperatura de la suspensión después de la modificación de pH alcalina se aumente hasta 80-110 °C durante un período suficiente para inducir la desnaturalización y coagulación de la proteína presente en la suspensión. El período de exposición a la temperatura puede variar pero de forma típica es de 2 a 60 minutos, preferiblemente 15 minutos. Puede usarse entonces cualquier procedimiento adecuado para separar la proteína precipitada de la suspensión usando procedimientos conocidos por un experto en la técnica incluyendo, aunque sin quedar limitados a los mismos, centrifugación y filtración con compresión. La proteína precipitada se separa entonces  
50 junto con la proteína insoluble y otros componentes de la suspensión, como se muestra en la etapa (g) de la FIG. 2 y la etapa (h) de la FIG. 4. Como tal precipitación de la proteína aumenta la fracción total de proteína insoluble (con una disminución correspondiente en la fracción de proteína soluble restante) en la suspensión y así aumenta el flujo de  
55  
60

proteína a la fracción de sólidos.

Después de completarse la separación sólidos-líquido, lo que queda es una fracción líquida cargada de aceite exenta de sólidos. La retirada de los sólidos se requiere para una separación eficiente de aceite-agua. El aceite se separa entonces del líquido usando procedimientos establecidos, conocidos por un experto en la técnica, y mostrado como etapa (e) en las FIGS. 1 y 2 y etapa (f) en las FIGS. 3 y 4. Ejemplos de separación aceite-agua son centrifugación con discos apilados para separar por gravedad las fases oleosa y acuosa en el líquido, y coalescencia del aceite por medio del cual pequeñas gotitas de aceite se adhieren a medios hidrófobos y se agregan para formar gotitas más grandes que se elevarán hasta la superficie y así se separarán totalmente de la fase acuosa para facilitar un desgrasado de la capa de aceite purificada.

5 El aceite que se recupera de este modo usando este procedimiento acuoso puede añadirse a continuación al aceite prensado para proporcionar una eficiencia mejorada de la recuperación de aceite total relativa a otros procedimientos basados en disolventes no orgánicos.

10 La invención se describirá con más detalle por referencia a los ejemplos que muestran el tratamiento de semilla de canola. Esta descripción se refiere a realizaciones actualmente preferidas de la invención, y pueden realizarse modificaciones sin apartarse del alcance de la invención.

15 Ejemplo 1: Efecto del pH sobre la liberación de aceite a la fase líquida de una suspensión de torta de canola de “doble prensado”

20 Se procesó un total de 1 tonelada cúbica de semillas de canola integrales en una planta piloto POS en Saskatoon, Saskatchewan. Las semillas se procesaron en forma de copos (Laufhoff Flakmaster Modelo S-28), se cocieron (sistema de cocción Simon-Rosedown) a 85-90 °C durante 20 minutos y luego se prensaron a través de una pre-prensa de baja presión (pre-prensa de 9,5 cm Simon-Rosedown) para generar una fase oleosa y una torta de pre-prensado. La torta de pre-prensado contenía porciones no oleosas de la semilla más aceite residual que suponía un 26,4 % de la materia seca total. La torta de pre-prensado se procesó a continuación a través de una prensa completa de semillas oleaginosas de alta presión (DeSmet Mini-press 200) para generar más aceite y una “torta de doble prensado”. La torta de doble prensado consistía en porciones no oleosas de la semilla integral más aceite residual que suponía un 13,1 % de la materia seca en la torta.

25 Se dividieron un total de 600 g de torta de doble prensado en 6 tratamientos como se muestra en la Tabla 1. El pH de cada tratamiento se ajustó como se indica en la Tabla 1 mediante la adición de NaOH. El tratamiento 1 no sufrió ajuste del pH y el pH de la suspensión se midió como 5,5.

30 Tabla 1: Tratamientos para determinar el efecto del pH en la liberación de aceite de una suspensión de torta de canola de doble prensado.

| Tratamiento | g de torta de doble prensado | ml de agua a 60 °C | pH         |
|-------------|------------------------------|--------------------|------------|
| 1           | 100                          | 500                | Sin ajuste |
| 2           | 100                          | 500                | 6          |
| 3           | 100                          | 500                | 7          |
| 4           | 100                          | 500                | 8          |
| 5           | 100                          | 500                | 9          |
| 6           | 100                          | 500                | 10         |

35 Cada suspensión en tratamiento se agitó intensamente durante 10 minutos y luego se centrifugó (Beckman JA-20) a 10.0000 rpm durante 30 minutos. El líquido sobrenadante clarificado exento de sólidos (extracto) se separó por tamizado y los sólidos se lavaron por resuspensión con 500 ml de agua a 60 °C. Se ajustó el pH de los sólidos resuspendidos al pH del tratamiento de partida con NaOH. Los sólidos resuspendidos se agitaron intensamente durante 10 minutos y luego se centrifugaron a 10.000 rpm durante 30 minutos. El segundo líquido sobrenadante clarificado exento de sólidos se separó por tamizado y se combinó con el primer líquido sobrenadante. El propósito de la etapa de lavado era separar la mayor parte de la materia seca y el aceite libre que queda en el sedimento y recoger este en la fase líquida exenta de sólidos.

40 La Tabla 2 muestra la materia seca y la grasa bruta extraíble en éter en la torta de partida y los sedimentos lavados (sólidos extraídos) obtenidos de cada uno de los tratamientos. Aumentar el pH hasta 9 tuvo poco efecto sobre la eficiencia de extracción de materia seca total en la fase líquida exenta de sólidos. A pH 10 la eficiencia de extracción de materia seca aumentó en un 6 % con respecto al tratamiento de la suspensión sin ajuste de pH. No obstante, aumentar el pH hasta 8 o más da lugar a un aumento de casi el doble en la eficiencia de extracción de grasa bruta con respecto al tratamiento sin ajuste de pH.

45

Tabla 2: Efecto del pH sobre el contenido de materia seca y la grasa bruta extraíble de sedimentos lavados de la torta de canola de doble prensado.

| Muestra          | pH    | Materia seca (g) | Extracto de éter (g) | Eficiencia de extracción (%) |                  |
|------------------|-------|------------------|----------------------|------------------------------|------------------|
|                  |       |                  |                      | Materia seca                 | Extracto de éter |
| Torta de partida | ----- | 92,80            | 11,28                | -----                        | -----            |
| Tratamiento 1    | 5,5   | 61,53            | 9,54                 | 33,70                        | 15,43            |
| Tratamiento 2    | 6     | 61,42            | 9,55                 | 33,77                        | 15,30            |
| Tratamiento 3    | 7     | 63,39            | 9,09                 | 31,67                        | 19,39            |
| Tratamiento 4    | 8     | 60,18            | 8,11                 | 35,13                        | 28,12            |
| Tratamiento 5    | 9     | 59,79            | 8,08                 | 35,55                        | 28,34            |
| Tratamiento 6    | 10    | 55,91            | 7,74                 | 39,72                        | 31,36            |

5 Ejemplo 2: Liberación de aceite dependiente del pH de proteína de canola insoluble desnaturalizada por calor

Se suspendieron veinte kg de torta de doble prensado (producida como se describe en el Ejemplo 1) en 100 l de agua a 60 °C. La suspensión se tamizó a través de un tamiz de 118 micrómetros de abertura de poro para separar el material de sólidos fibrosos y generar un primer extracto. El primer extracto contenía material en solución más pequeños fragmentos de restos sólidos de semilla sin cáscara que pasaron a través del tamiz. Los sólidos fibrosos retirados se resuspendieron a continuación en 100 l de agua a 60 °C y se hicieron pasar a través del tamiz con aberturas de 118 micrómetros para generar un primer material de sólidos fibrosos lavados enriquecido en fragmentos de cáscaras retenidos y un líquido de lavado en contracorriente. El líquido de lavado en contracorriente se usó para suspender un segundo lote de 20 kg de torta de doble prensado. Esta suspensión se tamizó como se ha descrito antes para generar un segundo extracto y sólidos fibrosos. Los sólidos fibrosos se suspendieron a continuación con 100 l de agua a 60 °C y luego se tamizaron para generar un segundo material de sólidos fibrosos lavados y un líquido de lavado en contracorriente. Se procesó un tercer lote de 20 kg de torta de doble prensado a través del procedimiento de extracción con lavado en contracorriente para generar un tercer extracto y un tercer material de sólidos fibrosos lavados. Los tres extractos se combinaron para el posterior procesamiento y se descartaron los 3 materiales de sólidos fibrosos lavados.

El extracto combinado se dividió en tres lotes y se ajustó el pH de los lotes individuales mediante la adición de NaOH hasta 7,0, 9,0 y 10,0. La temperatura de cada lote se aumentó hasta 95-100 °C y se mantuvo esta temperatura durante 5 minutos para inducir la desnaturalización y coagulación de las proteínas en el lote. Cada lote se separó en un líquido clarificado exento de sólidos y una fase de sólidos mediante filtración con compresión de los sólidos a través de un tamiz con una abertura de poro de 108 micrómetros. Los sólidos tamizados (enriquecidos en proteína coagulada) se resuspendieron a continuación en un volumen igual de agua a 70 °C y se filtraron una segunda vez en el tamiz. El líquido clarificado se combinó con el de lavado. El líquido exento de sólidos más el de lavado contenía materiales solubles más aceite libre liberado en la fase líquida.

La Tabla 3 muestra el contenido en grasa bruta extraíble en éter y el % de grasa bruta extraíble en éter de la semilla integral en cada una de las fracciones. El procedimiento de doble prensado produjo una torta con un contenido en aceite residual de 13,11 % de la materia seca total en la torta que supone un 21,4 % de la grasa bruta de la semilla de partida. La mayor parte de esta grasa fue capturada en el extracto durante la etapa de descascarillado acuoso. Cuando la proteína en el extracto precipitó a pH 7,0 y luego se eliminó el agua, se resuspendió y se eliminó el agua una segunda vez, la fracción de sólidos enriquecida en proteína insoluble contenía un 13,72 % de grasa bruta que suponía un 8,6 % de la grasa bruta de la semilla integral de partida. Sin embargo, cuando se llevó a cabo el procedimiento de coagulación, deshidratación, resuspensión y segunda deshidratación en el extracto a pH 10, los sólidos lavados contenían un 7,1 % de grasa bruta que suponía un 4,5 % de la grasa bruta en el material de partida de semilla integral. Se obtuvo un aumento correspondiente en el contenido de grasa del líquido más solución de lavado al comparar los resultados de los lotes de extracto a pH 7 y pH 10. Como tal, en comparación con el procesamiento a pH neutro, la coagulación y lavado de la proteína a pH 10 dio como resultado un aumento de dos veces en el porcentaje de grasa bruta liberada de la fase de sólidos en la fase líquida de la separación.

40

Tabla 3: Fracciones con contenido en grasa bruta y flujos másicos de grasa bruta durante la expulsión y fraccionamiento acuoso de semillas de canola integrales.

|                                     | Grasa extraíble en éter |   |
|-------------------------------------|-------------------------|---|
|                                     | % de materia seca       | % de grasa extraíble en éter de la semilla de partida |
| Semilla integral                    | 42,1                    | 100   |
| Torta de doble prensado             | 13,11                   | 21,4  |
| Sólidos fibrosos lavados combinados | 7,69                    | 2,3   |
| Extracto combinado                  | 15,59                   | 19,1  |
| Proteína insoluble a pH 7,0         | 14,7                    | 11,0  |
| Proteína insoluble lavada a pH 7,0  | 13,72                   | 8,6   |
| Líquido más lavado a pH 7,0         | 14,08                   | 7,4   |
| Proteína insoluble a pH 9,0         | 11,79                   | 8,8   |
| Proteína insoluble lavada a pH 9,0  | 11,58                   | 7,2   |
| Líquido más lavado a pH 9,0         | 23,83                   | 8,8   |
| Proteína insoluble a pH 10,0        | 11,79                   | 8,8   |
| Proteína insoluble lavada a pH 10,0 | 7,10                    | 4,5   |
| Líquido más lavado a pH 10,0        | 17,72                   | 11,6  |

5 Ejemplo 3: Separación de aceite de una fase líquida aceite-agua obtenida de procesamiento de torta de semilla de canola de "doble prensado".

10 Se prensó semilla de canola integral como se describe en el Ejemplo 1 para generar 100 kg de torta que contiene un aceite residual al 13,11 %. Los cuatro lotes se trataron mediante un protocolo de extracción con lavado en contracorriente como se describe en el Ejemplo 2; sin embargo, para cada lote de torta se usaron 125 l de agua a 60 °C. Los 4 extractos se combinaron y se ajustó el pH a 10,0 con NaOH. La temperatura del extracto se aumentó hasta >95 °C durante 5 minutos para inducir la coagulación de la proteína y los sólidos se separaron de la fase líquida usando mangas filtrantes y deshidratación por compresión como se describe en el Ejemplo 1. El material coagulado deshidratado se lavó con un volumen igual de agua a 60 °C y se combinaron el líquido y agua de lavado de la deshidratación de los sólidos para una corriente de líquido que contenía aproximadamente 20 % de grasa extraíble en éter tomando como base la materia seca.

15 La corriente líquida de aceite de canola en agua se alimentó a una centrífuga separadora de aceite de discos apilados (Westfalia modelo SA7) y se obtuvo una fase ligera oleosa más una fase pesada acuosa de salida. La fase ligera acuosa contenía 45 % de grasa bruta extraíble en éter y 55 % de agua. La fase pesada acuosa contenía solo una cantidad minoritaria de grasa extraíble en éter (0,16 %). La fase ligera oleosa estaba en forma de emulsión aceite-agua cremosa.

20 Se generó aceite puro bien eliminando por ebullición el agua residual de la fase ligera oleosa o procesando la fase ligera a través de una purificadora de centrífuga de discos apilados (Alfa Laval Lab 102B) que produjo una fase ligera de aceite puro final y una fase acuosa exenta de aceite.

Ejemplo 4: Separación de aceite de una fase líquida aceite-agua obtenida de procesamiento de torta de semillas de canola de "pre-prensado".

25 Este Ejemplo demuestra el efecto del ajuste de pH al influir en la liberación de aceite de la fase de sólidos enriquecida en proteína en la fase líquida. La torta de canola de pre-prensado se obtuvo de una operación de trituración de canola comercial. La torta se generó procesando a través de una única prensa de tornillo de baja presión. La grasa bruta extraíble en éter suponía un 24,3 % de la materia seca en la torta de pre-prensado. Se procesaron tres lotes de 20 kg de torta de pre-prensado mediante un protocolo de extracción de lavado en contracorriente como se describe en el Ejemplo 2 y se combinaron para generar una suspensión descascarillada combinada y un material de sólidos extraídos combinado enriquecido en fragmentos de cáscara. El extracto se dividió en 4 fracciones y el pH de las fracciones individuales se ajustó a pH 7, pH 9, pH 9,5 y pH 10 mediante la adición de NaOH. La temperatura de cada fracción se aumentó hasta 95 °C y se mantuvo durante 5 minutos para inducir la coagulación (precipitación de proteínas inducida por calor) en las muestras. Los sólidos enriquecidos en proteínas se separaron entonces de los componentes líquidos del extracto calentado por deshidratación con filtración por compresión como se describe en el Ejemplo 1 para generar

5 un material coagulado deshidratado inicial. Los sólidos enriquecidos en proteínas se lavaron con un volumen igual de agua (material coagulado hidratado) y a continuación se lavaron una segunda vez (material coagulado doblemente hidratado) con un segundo volumen igual de agua. La grasa bruta extraíble en éter se determinó en cada una de las muestras y se muestra en la Tabla 4. Aumentar el pH del extracto hasta 10 antes de la coagulación dio como resultado una disminución de un 26 %, 34 % y 44 % en el contenido de grasa del material coagulado deshidratado, material coagulado hidratado y material coagulado doblemente hidratado cuando se compara con muestras correspondientes del tratamiento a pH 7.

Tabla 4: Efecto del pH sobre el contenido de grasa extraíble en éter de proteína de canola insoluble después de deshidratación, hidratación y doble hidratación del material coagulado.

| Muestra  | Grasa bruta extraíble en éter (% de materia seca) |
|--|---|
| Torta de pre-prensado                            | 26,4  |
| Material coagulado a pH 7                        | 26,0  |
| Material coagulado hidratado a pH 7              | 22,6  |
| Material coagulado doblemente hidratado a pH 7   | 22,9  |
| Material coagulado a pH 9                        | 22,9  |
| Material coagulado hidratado a pH 9              | 19,4  |
| Material coagulado doblemente hidratado a pH 9   | 14,0  |
| Material coagulado a pH 9,5                      | 24,7  |
| Material coagulado hidratado a pH 9,5            | 19,2  |
| Material coagulado doblemente hidratado a pH 9,5 | 15,2  |
| Material coagulado a pH 10                       | 19,2  |
| Material coagulado hidratado a pH 10             | 14,8  |
| Material coagulado doblemente hidratado a pH 10  | 12,8  |

10

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la extracción acuosa de aceite a partir de un material de partida de semillas oleaginosas sin el uso de un disolvente orgánico que comprende las siguientes etapas:
  - 5 (a) prensar un material de partida de semillas oleaginosas para producir un aceite y un material sólido que contiene aceite residual;
  - (b) suspender el material sólido con agua para crear una suspensión;
  - (c) añadir compuesto alcalino suficiente a la suspensión para aumentar el pH de la suspensión hasta un pH de 8 o superior;
  - 10 (d) separar la suspensión en una fracción enriquecida en proteína insoluble y una fase líquida de aceite en agua; y
  - (e) separar el aceite de la fase líquida de aceite en agua, en el que el material de partida de semillas oleaginosas está seleccionado de soja, canola y colza, girasol, algodón, sésamo y cártamo.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende las etapas adicionales de:
  - (f) precipitar la proteína soluble de la suspensión en la etapa (c);
  - 15 (g) separar dicha proteína soluble precipitada de la suspensión con dicha fracción enriquecida en proteína insoluble, en la etapa (d).
3. Un procedimiento para la extracción acuosa de aceite a partir de un material de partida de semillas oleaginosas sin el uso de un disolvente orgánico que comprende las siguientes etapas:
  - 20 (a) prensar un material de partida de semillas oleaginosas para producir un aceite y un material sólido que contiene aceite residual;
  - (b) suspender el material sólido con agua para crear una suspensión;
  - (c) retirar los sólidos fibrosos de dicha suspensión en la etapa (b) para generar una fracción fibrosa y una fase líquida de proteína más aceite en agua;
  - 25 (d) añadir suficiente compuesto alcalino a la fase líquida de proteína más aceite en agua en la etapa (c) para aumentar el pH hasta un pH de 8 o superior;
  - (e) separar la suspensión de la etapa (d) en una fracción enriquecida en proteína insoluble y una fase líquida de aceite en agua;
  - (f) separar el aceite de la fase líquida de aceite en agua en la etapa (e), en el que el material de partida de semillas oleaginosas está seleccionado de soja, canola y colza, girasol, algodón, sésamo y cártamo.
- 30 4. El procedimiento de la reivindicación 3 que incluye las etapas adicionales de:
  - (g) precipitar la proteína soluble de la suspensión en la etapa (d);
  - (h) separar dicha proteína soluble precipitada con dicha fracción enriquecida en proteína insoluble, en la etapa (e).
- 35 5. El procedimiento de las reivindicaciones 2 o 4 en el que la proteína se precipita por desnaturalización inducida por calor.
6. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5 en el que dicha fracción enriquecida en proteína se separa por centrifugación.
7. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5 en el que dicha fracción enriquecida en proteína se separa por filtración.
- 40 8. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-7 en el que una proporción de agua:material sólido en la etapa (b) es igual a, o mayor que aproximadamente 3,5-7:1.
9. El procedimiento de la reivindicación 8 en el que la proporción de agua:material sólido en la etapa (b) es aproximadamente 5:1.
- 45 10. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-8 en el que dicho compuesto alcalino se añade para aumentar el pH de la suspensión hasta un pH de 9.

11. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-8 en el que dicho compuesto alcalino se añade para aumentar el pH de la suspensión hasta un pH de 10.
12. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-11 en el que el material de partida de semillas oleaginosas es colza.
- 5 13. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-11 en el que el material de partida de semillas oleaginosas es canola.

FIGURA 1

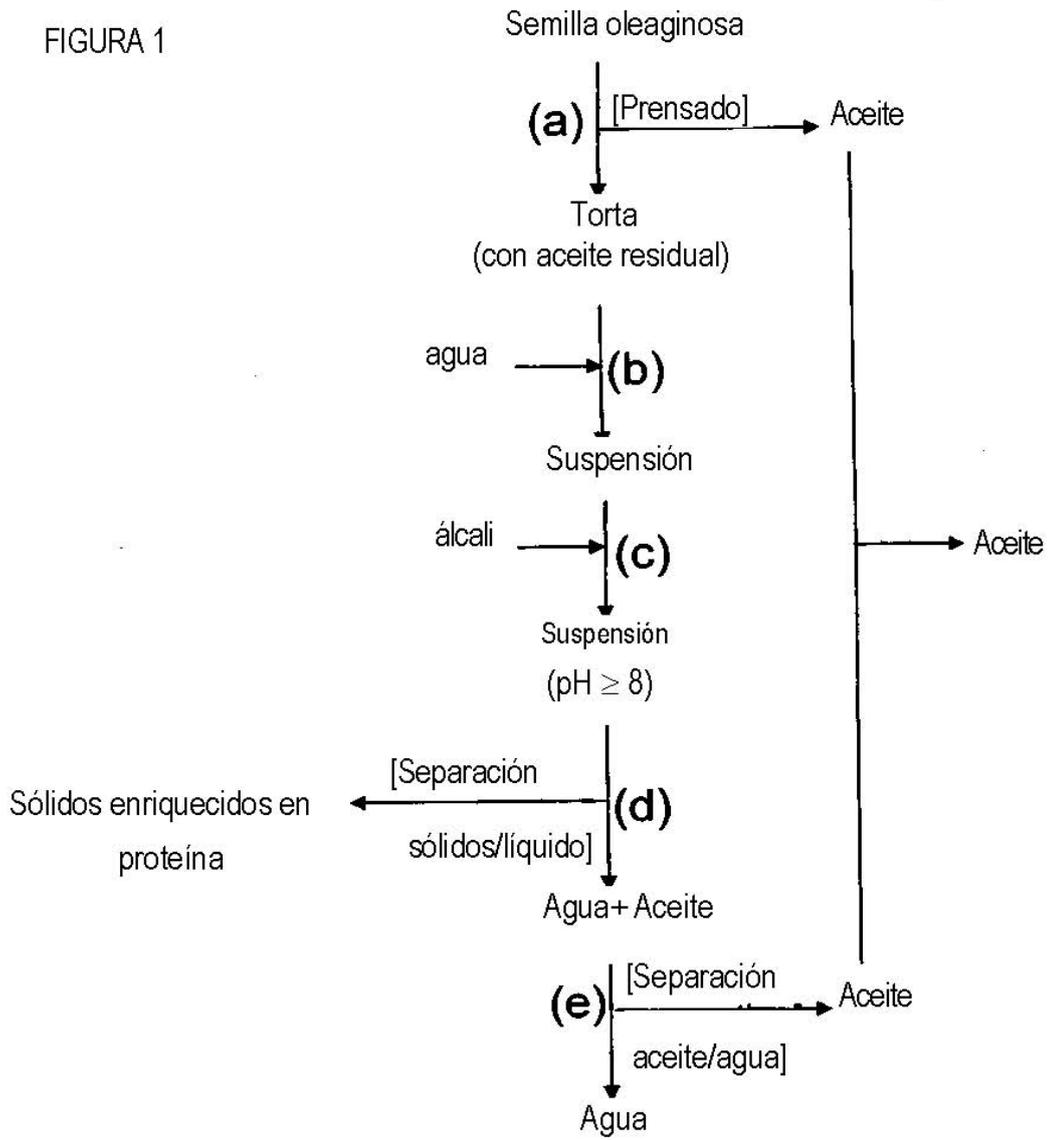


FIGURA 2

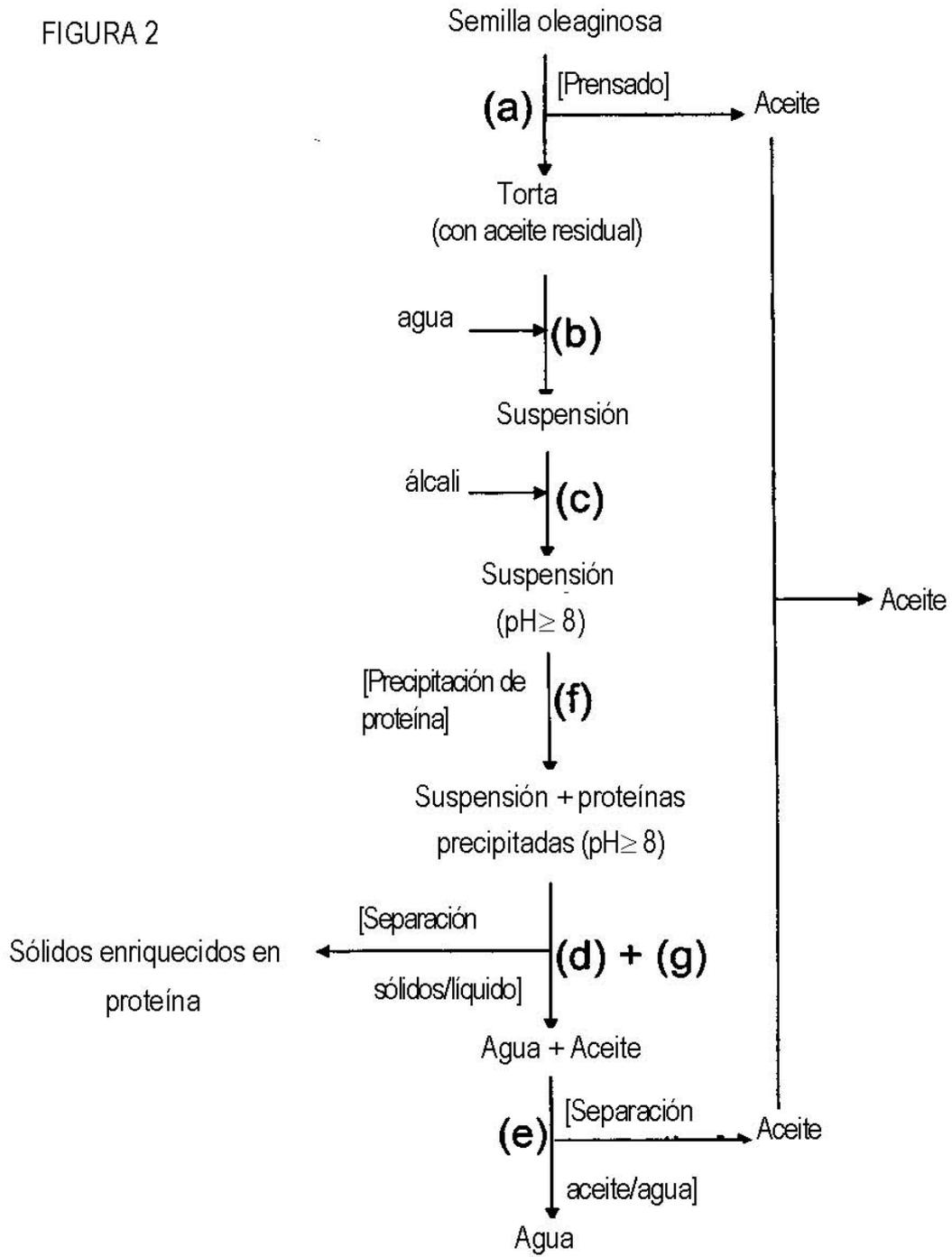


FIGURA 3

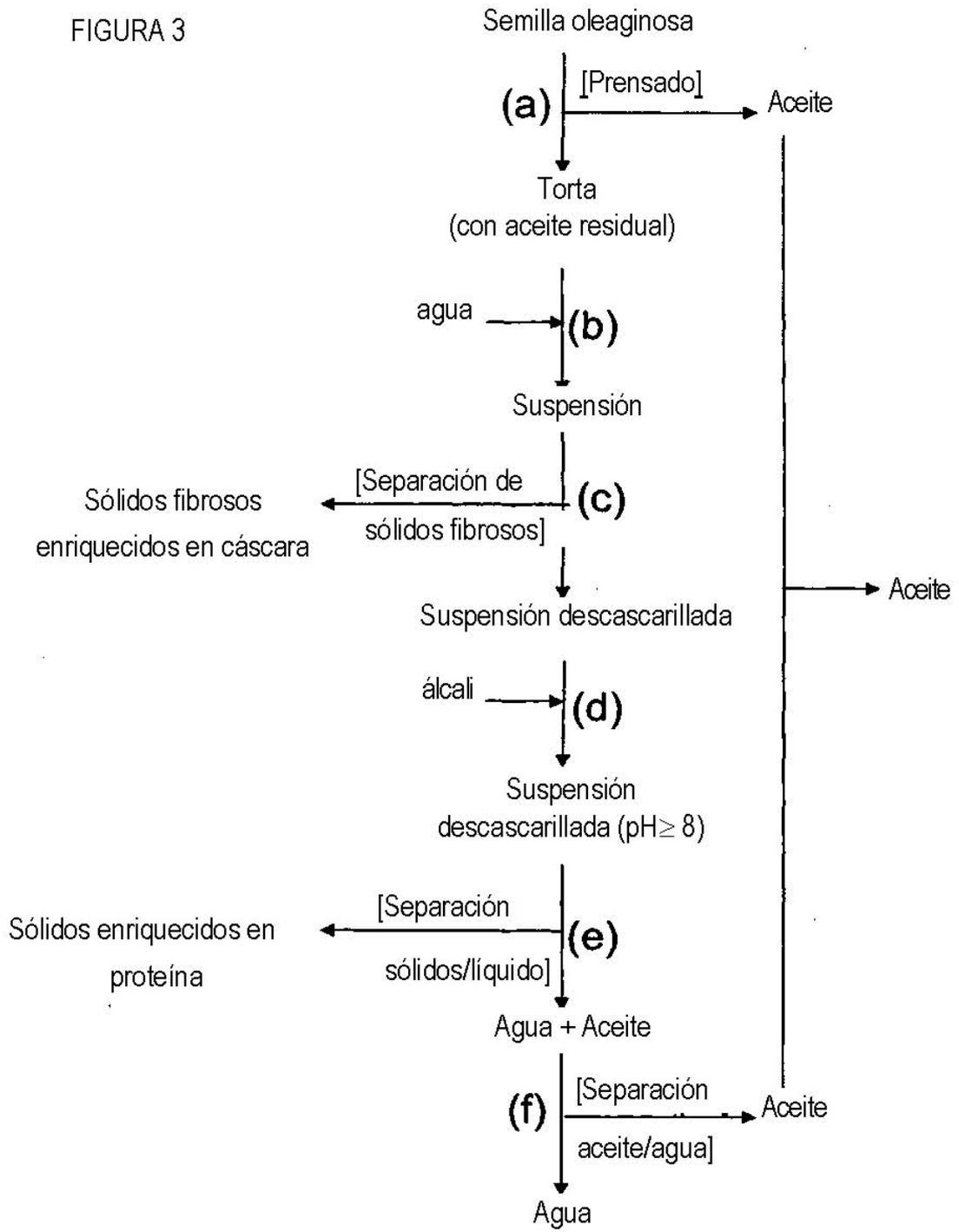


FIGURA 4

