

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 609 117**

51 Int. Cl.:

**C11B 3/10** (2006.01)

**A23D 9/02** (2006.01)

**B01J 20/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.05.2012 PCT/JP2012/062383**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.02.2013 WO13018412**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.05.2012 E 12820381 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.10.2016 EP 2738243**

54 Título: **Composición de glicérido purificado y procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado**

30 Prioridad:

**29.07.2011 JP 2011166894**

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

**18.04.2017**

73 Titular/es:

**The Nisshin Oillio Group, Ltd.  
23-1, Shinkawa 1-chome, Chuo-ku  
Tokyo 104-8285, JP**

72 Inventor/es:

**HIRAI, HIROSHI y  
IKUINA, JUNICHI**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 609 117 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).

**DESCRIPCION**

Composición de glicérido purificado y procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a una composición de glicérido purificado, y a un procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado.

**Antecedentes de la técnica**

10 En años recientes, se han llevado a cabo diversos intentos para mejorar las calidades de aceites y grasas, tales como aroma y estabilidad. Diversos elementos están implicados en el deterioro en la calidad de aceites y grasas. Por ejemplo, se sabe que una estructura oxirano tal como un éter de anillo de tres átomos es probablemente el causante de una reacción química tal como la polimerización, dado que es químicamente inestable y, por ello, tiene alta reactividad. Dicha reacción química puede ocasionar deterioro en la calidad de aceites y grasas.

15 Algunas composiciones de glicéridos contienen una cantidad traza de un éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol, el cual puede proceder de un éster de ácido graso de glicidol como un tipo de un epóxido que tiene dicha estructura oxirano. El éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol puede causar la separación de un ácido graso para formar 3-cloropropano-1,2-diol. Se ha dicho que una alta concentración de 3-cloropropano-1,2-diol y un derivado del mismo ejercen una influencia adversa sobre la salud. Sin embargo, no puede considerarse que una pequeña cantidad de 3-cloropropano-1,2-diol existente en aceites y grasas, tal como el aceite vegetal, el cual ha sido ingerido durante muchos años, ejerza de manera inmediata una influencia adversa sobre la salud. Aunque los valores de ingesta de referencia o similares de 3-cloropropano-1,2-diol no han sido establecidos, se requiere reducir la cantidad existente en la composición del glicérido tanto como sea posible.

20 Para hacer frente a los problemas anteriormente mencionados, por ejemplo, el Documento de Patente 1, divulga un procedimiento en el cual una composición de glicérido que contiene al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en 3-cloropropano-1,2-diol, un éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol, glicidol, y un éster de ácido graso de glicidol y/o conteniendo 3% en masa o más de diglicérido, es sometida a un tratamiento de desodorización o similar, bajo condiciones de temperaturas específicas. De acuerdo con este procedimiento, es posible reducir los contenidos del éster de ácido graso de glicidol, el éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol y similares, en la composición del glicérido.

25 Tal como se ha mencionado anteriormente, se ha llevado a cabo un estudio sobre un procedimiento de reducción de una manera más eficaz del contenido de 3-cloropropano-1,2-diol, y el éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol en la composición del glicérido.

Documento de Patente 1: Solicitud de Patente No Examinada Japonesa, Publicación No. 2011-74358.

**Divulgación de la invención**

Problemas a resolver por la invención

35 La presente invención se ha llevado a cabo en vista de estas circunstancias, y un objeto de la misma es proporcionar una composición de glicérido purificado que contenga menos cantidad de 3-cloropropano-1,2-diol y un éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol, y un procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado.

Medios para solucionar el problema

40 Los autores de la presente invención han estudiado intensamente la forma de resolver los problemas mencionados anteriormente y han encontrado que la formación de 3-cloropropano-1,2-diol, y un éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol en una composición de glicérido purificado se suprime poniendo en contacto una composición de glicérido, la cual no ha sido sometida a una etapa de desodorización, con una arcilla blanca alcalina (denominada en adelante en la presente invención como "arcilla alcalina") dando como resultado una reducción de los contenidos de estos componentes, completándose, de esta manera, la presente invención. Específicamente, la presente invención proporciona lo siguiente:

- 45
- (1) Un procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado, caracterizado por comprender una etapa de un tratamiento con arcilla alcalina, en el que una composición de glicérido, la cual no ha sido sometida a una etapa de desodorización, y una arcilla alcalina se ponen en contacto entre sí, en el que la arcilla alcalina tiene la composición siguiente: 50 a 60% en masa de SiO<sub>2</sub>, 10 a 20% en masa de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3 a 10% en masa de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2 a 9% en masa de MgO y 1 a 5% en masa de CaO.
  - 50 (2) El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con (1), en el que la etapa de un tratamiento con arcilla alcalina es una etapa de blanqueo, y se incluye además una etapa de desodorización después de la etapa del tratamiento con arcilla alcalina.

- (3) El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con (2), en el que la etapa de desodorización se realiza bajo condiciones de temperatura de 100 a 260°C.
- (4) El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con (2) o (3), que incluye además una etapa de re-purificación después de la etapa de desodorización.
- 5 (5) El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con (4), en el que la etapa de re-purificación incluye una etapa de re-blanqueo.
- (6) El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con (5), en el que la etapa de re-blanqueo se realiza poniéndola en contacto con una arcilla ácida.
- 10 (7) El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con una cualquiera de (1) a (6), en el que la composición de glicérido es aceite de palma.

#### Efectos de la invención

De acuerdo con la presente invención, es posible obtener una composición de glicérido purificado que contiene menos cantidad de 3-cloropropano-1,2-diol, y un éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol.

#### **Modo preferente para llevar a cabo la invención**

15 Las realizaciones de la invención serán específicamente descritas más adelante. En la presente invención, una composición de glicérido contiene glicérido en el cual uno a tres ácidos grasos son ésteres unido a glicerol, e igualmente contiene diglicérido (diacilglicerol), monoglicérido (monoacilglicerol), además de triglicérido (triacilglicerol) como un componente principal de aceites y grasas. Pueden incluirse componentes distintos de los glicéridos obtenidos de aceites y grasas animales y vegetales, tales como esteroides de plantas, lecitina, componentes antioxidantes, y componentes de pigmentos, y constituyendo preferiblemente los glicéridos el 95% en masa o más de la composición del glicérido.

20

[Etapa de tratamiento con arcilla alcalina]

Un procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado se caracteriza por poner en contacto una composición de glicérido, que no ha sido sometida a una etapa de desodorización, con una arcilla alcalina. Preferiblemente, la etapa de blanqueo de la composición de glicérido se realiza usando una arcilla alcalina.

25

[Arcilla alcalina (arcilla blanca alcalina)]

Hasta ahora, se ha usado una arcilla ácida para eliminar un pigmento, etc., en una composición de glicérido. Sin embargo, los autores de la presente invención han estudiado intensamente y han encontrado que el uso de una arcilla blanca alcalina (arcilla alcalina) en lugar de la arcilla ácida, permite no solamente eliminar un pigmento o similar en la composición de glicérido, sino igualmente la supresión de la formación de 3-cloropropano-1,2-diol (denominado en la presente invención en adelante como 3-MCPD) y/o un éster de ácido graso de 3-cloropropano-1,2-diol (denominado en la presente invención en adelante como un éster de ácido graso de 3-MCPD) en la composición de glicérido, realizándose de manera eficaz la reducción de los contenidos de estos componentes.

30

Esta acción no está clara, pero se estima que es como sigue. Se considera que, en una cualquiera de las etapas de la etapa de desodorización, existe una pequeña cantidad de un compuesto de cloro en una composición de glicérido, y que este compuesto de cloro reacciona bajo condiciones de calentamiento en la etapa de desodorización posterior para formar 3-MCPD. Sin embargo, se considera que, en la presente invención, una arcilla alcalina ocasiona de manera eficaz una adsorción o descomposición de este compuesto de cloro mediante una etapa de tratamiento con arcilla alcalina usando la arcilla alcalina, permitiendo, de esta manera, una notable reducción de la cantidad de 3-MCPD que puede formarse en una etapa de desodorización. Se estima que los efectos de la presente invención se ejercen, dado que la capacidad de adsorción o de descomposición de dicho compuesto de cloro no la posee una arcilla blanca o una arcilla ácida, pero sí la posee una arcilla alcalina.

35

40

La arcilla alcalina usada en un procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado de la presente invención no está particularmente limitada a condición de que sea una arcilla blanca (es decir, arcilla blanca alcalina), en el que, cuando se agrega una arcilla blanca en agua, una solución acuosa que contienen la arcilla alcalina adquiere un pH alcalino, pero es preferiblemente la arcilla blanca la que adquiere un pH de 8,5 o superior, debido a su alta capacidad de adsorción y de descomposición de un compuesto de cloro.

45

La arcilla alcalina usada en un procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado de la presente invención tiene la composición siguiente (unidad: % en masa).

50 SiO<sub>2</sub> (50 a 60)

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (10 a 20)

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3 a 10)

MgO (2 a 9)

CaO (1 a 5)

5 La cantidad de la arcilla alcalina usada en la etapa de tratamiento con arcilla alcalina es, preferiblemente, de 0,5% en masa o más, 0,6% en masa o más, 0,7% en masa o más, o 0,8% en masa o más, en base a la cantidad de una composición de glicérido, con el fin de que adsorba o descomponga de manera eficaz un compuesto de cloro en una composición de glicérido y que suprima la formación de 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD, en una composición de glicérido purificado, para obtener un efecto suficiente de reducción de los contenidos de estos componentes.

10 La cantidad de la arcilla alcalina usada en la etapa de tratamiento con arcilla alcalina es preferiblemente de 3,0% en masa o menos, 2,9% en masa o menos, 2,8% en masa o menos, o 2,5% en masa o menos, en base a la cantidad de una composición de glicérido, puesto que un compuesto de cloro en una composición de glicérido puede ser adsorbida o descompuesta de manera eficaz y puede suprimirse la formación de 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD, en una composición de glicérido purificado, para reducir suficientemente los contenidos de estos componentes, incluso si la cantidad no es una cantidad excesiva.

15 Las condiciones en la etapa de tratamiento con arcilla alcalina no están particularmente limitadas y pueden ser las de una etapa de blanqueo usada en un procedimiento usual de producción de aceites y grasas. Por ejemplo, después de la adición de una arcilla alcalina a una composición de glicérido, puede realizarse el calentamiento bajo presión reducida a 80 a 150°C durante 5 a 60 minutos. Después de completarse la etapa de tratamiento con arcilla alcalina, la arcilla alcalina se elimina mediante filtración o un procedimiento similar, haciendo posible, de esta forma, el obtener una composición de glicérido (aceite blanqueado) sometido a un tratamiento con arcilla alcalina.

20 No existe una limitación particular sobre el procedimiento en el cual una composición de glicérido se pone en contacto con una arcilla alcalina y, por ejemplo, puede realizarse igualmente un tratamiento usando la arcilla alcalina después de realizar la etapa de blanqueo usando una arcilla blanca o un carbón activado. Igualmente, es posible realizar la etapa de tratamiento con arcilla alcalina (esta etapa puede ser una etapa de blanqueo) mediante coexistencia de una arcilla blanca distinta de la arcilla alcalina o un carbón activado. Igualmente, es posible poner en contacto una composición de glicérido con una arcilla alcalina llenando con la arcilla alcalina un filtro o una columna, y pasando la composición de glicérido a través del filtro o columna.

[Composición del glicérido]

30 En un procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado de la presente invención, es posible usar, como una composición de glicérido, aceite purificado sometido a una etapa de purificación excluyendo una etapa de desodorización (por ejemplo, etapa de desgomado, etapa de desoxidación, etapa de lavado, etc.). La composición de glicérido, que no ha sido sometida a la etapa de desodorización, es preferiblemente aquella que no se ha formado ni 3-MCPD ni un éster de ácido graso de 3-MCPD. Particularmente, es preferiblemente aceite bruto no purificado, aceite desgomado, aceite desoxidado, o aceite blanqueado purificado mediante un procedimiento convencional, y es más preferible aceite desoxidado o aceite blanqueado. Por ejemplo, es posible usar aceites vegetales tales como aceite de colza, aceite de soja, aceite de arroz, aceite de cártamo, aceite de pepita de uva, aceite de girasol, aceite de germen de trigo, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de sésamo, aceite de cacahuete, aceite de semilla de lino, aceite de perilla, aceite de oliva, aceite de palma, y aceite de coco; aceites vegetales mezclados preparados mediante la mezcla de dos o más tipos de estos aceites; o aceites fraccionados comestibles preparados mediante el fraccionamiento de estos aceites, tales como oleína de palma, estearina de palma, oleína de palma súper, y semifracción de palma; aceite hidrogenado y aceite transesterificado de los mismos; y aceites comestibles preparados mediante una reacción de esterificación directa, tal como triglicérido de ácido graso de cadena media. Puesto que el 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD tiende(n) a ser frecuentemente generados en los aceites y grasas que contienen una cantidad comparativamente grande de glicérido parcial, se prefiere de manera particular el usar aceites y grasas obtenidos de palma, aceite de arroz, aceite transesterificado, y similares, como materias primas, dado que se ejerce un alto efecto de reducción de 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD de la presente invención. Es posible usar un procedimiento convencional tal como un procedimiento de purificación antes y después de una etapa de tratamiento con arcilla alcalina de la presente invención. Específicamente, el procedimiento de purificación incluye un procedimiento de purificación química (refinado químico) y un procedimiento de purificación físico (refinado físico), y pueden usarse ambos procedimientos de purificación. De acuerdo con el procedimiento de purificación químico anterior, el aceite bruto obtenido mediante expresión y extrusión de plantas como materias primas, se purifica a través de un tratamiento de desgomado, un tratamiento de desoxidación, un tratamiento de blanqueo, un tratamiento de descerado, y un tratamiento de desodorización, para formar aceite purificado. Por otra parte, el procedimiento de purificación física posterior, es un procedimiento que frecuentemente se usa en el aceite de palma, aceite de coco, y similares, y el aceite bruto obtenido mediante expresión de palma, coco y similares como materias primas, se purifica a través de un tratamiento de desgomado, un tratamiento de blanqueo, y un tratamiento de desoxidación/desodorización, para formar aceite purificado.

[Especificación de contenido(s) de 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD en la composición de glicérido purificado]

De acuerdo con la presente invención, la formación de 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD en una composición de glicérido purificado se suprime mediante la etapa de tratamiento con arcilla alcalina, haciendo posible, de esta forma, la reducción de los contenidos de estos componentes. El contenido(s) de 3-MCPD y/o un éster de ácido graso de 3-MCPD en la composición de glicérido purificado se especifica(n) como la cantidad(es) expresada en términos de 3-MCPD separado usando un procedimiento modificado del procedimiento normalizado Alemán (DGF Standard Methods C-III 18(09)).

Específicamente, la muestra de aceites y grasas se recogen y se las agregan una sustancia patrón interna y, a continuación, se agrega una solución en metanol de metóxido sódico. La mezcla se hace reaccionar a temperatura ambiente y se descompone un éster mediante saponificación. A continuación, se agregan a la misma una solución de bromuro sódico acuosa conteniendo una pequeña cantidad de ácido acético, y hexano, seguido de mezclado y eliminación posterior del hexano. En ese momento, el 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD se han convertidos completamente en 3-MCPD separado. Después de esto, se realiza un tratamiento con ácido fenilbórico, el producto derivado obtenido se extrae con hexano y la medición se realiza mediante un espectrómetro de masa-cromatografía de gas. A continuación, usando el espectrograma obtenido mediante la medición con el espectrómetro de masa-cromatografía de gas, se compara la fuerza iónica del patrón interno con la del 3-MCPD, calculándose, de esta forma, la cantidad total del 3-MCPD y del éster de ácido graso de 3-MCPD en términos del 3-MCPD separado.

De acuerdo con un procedimiento de preparación de una muestra de medición en el procedimiento normalizado Alemán convencional, se convierten totalmente 3-MCPD, un éster de ácido graso de 3-MCPD, glicidol, y un éster de ácido graso de glicidol, en 3-MCPD separado. Por tanto, el valor medido mediante el procedimiento normalizado Alemán pasa a ser el valor expresado en términos de 3-MCPD del contenido total de 3-MCPD, un éster de ácido graso de 3-MCPD, glicidol, y un éster de ácido graso de glicidol. En consecuencia, dicho procedimiento tiene un problema dado que los contenidos de glicidol y un éster de ácido graso de glicidol están también incluidos cuando se pretende medir el contenido total de solamente 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD.

De acuerdo con ello, los autores de la presente invención han estudiado intensivamente y han encontrado que dicho problema puede resolverse usando una solución de bromuro sódico acuosa conteniendo una pequeña cantidad de ácido acético, tal como se ha mencionado anteriormente, en lugar de usar una solución de cloruro sódico acuosa conteniendo una pequeña cantidad de ácido acético, tal como en un procedimiento de la técnica anterior. En consecuencia, de acuerdo con el procedimiento modificado del procedimiento normalizado Alemán, puesto que únicamente el 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD se convierten en 3-MCPD separado, pueden calcularse el contenido de solamente 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD, mediante el valor expresado en términos de 3-MCPD.

[Etapas de desodorización]

El procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado de la presente invención incluye una etapa de desodorización de una composición de glicérido sometida a la etapa de tratamiento con arcilla alcalina. En este caso, la etapa de tratamiento con arcilla alcalina corresponde a una etapa de blanqueo de una composición de glicérido. La desodorización puede realizarse bajo condiciones de temperatura de 100 a 260°C usadas en un procedimiento usual de producción de aceites y grasas, o puede realizarse bajo condiciones de temperaturas inferiores de 100 a 250°C. En la etapa de desodorización, las condiciones de temperatura son, preferiblemente, condiciones de temperatura de 150 a 230°C, y más preferiblemente condiciones de temperatura de 180 a 220°C. Es posible esperar que se ejerza un efecto superior de supresión de formación de 3-MCPD y/o éster de ácido de 3-MCPD en una composición de glicérido purificado, y un efecto superior de reducción de los contenidos de estos componentes, realizando la desodorización de una composición de glicérido bajo condiciones de temperaturas más bajas que las usadas en un procedimiento usual de producción de aceites y grasas.

No existe una limitación particular sobre otras condiciones en la etapa de desodorización. Preferiblemente, se lleva a cabo una reducción de presión o de inyección de vapor y, más preferiblemente, se lleva a cabo una reducción de presión y de inyección de vapor. El tiempo de desodorización es, preferiblemente, de desde 15 hasta 150 minutos, y más preferiblemente de desde 20 hasta 100 minutos.

[Etapas de re-purificación]

En un procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de la presente invención, la composición de glicérido purificado sometida a la etapa de desodorización puede re-purificarse. Una etapa de re-purificación puede realizarse mediante la etapa de purificación anteriormente mencionada y puede incluir, por ejemplo, una etapa de re-desodorización y una etapa de re-blanqueo, o una etapa de re-desodorización. Se prefiere de manera particular el realizar una etapa de re-blanqueo. La arcilla blanca usada en la etapa de re-blanqueo no está particularmente limitada y puede ser una arcilla alcalina, una arcilla ácida, o una arcilla blanca activa, la cual es una arcilla ácida sometida a un tratamiento de activación.

En una primera etapa de blanqueo (etapa de tratamiento con arcilla alcalina) antes de una etapa de re-blanqueo, si una composición de glicérido se ha puesto en contacto con una arcilla alcalina, la cantidad residual de un compuesto de cloro en una composición de glicérido purificado está suficientemente reducida. Por ello, independientemente del tipo de la arcilla blanca usada en la etapa de re-blanqueo, es posible reducir notablemente la cantidad de 3-MCPD que pueda formarse en la etapa de re-desodorización después de la etapa de re-blanqueo.

Las condiciones en la etapa de re-blanqueo no están particularmente limitadas y pueden ser las condiciones usadas en un procedimiento usual de producción de aceites y grasas, similares a las de la primera etapa de blanqueo antes de la etapa de re-blanqueo. Por ejemplo, después de la adición de una arcilla blanca a una composición de glicérido purificado, puede realizarse el calentamiento bajo presión reducida a 80 a 150°C durante 5 a 60 minutos. Después de completarse el re-blanqueo, la arcilla blanca se elimina por filtración o procedimiento similar, y, de esta forma, puede obtenerse aceite blanqueado.

El aceite re-blanqueado obtenido después de la etapa de re-blanqueo puede re-desodorizarse adicionalmente. Las condiciones en la etapa de re-desodorización no están particularmente limitadas y pueden ser las condiciones usadas en un procedimiento usual de producción de aceites y grasas, similares a las de la primera etapa de desodorización.

[Composición de glicérido purificado obtenido mediante el procedimiento de producción de la presente invención]

Una composición de glicérido purificado de la presente invención se caracteriza por obtenerse usando el procedimiento anteriormente mencionado de producción de una composición de glicérido purificado de la presente invención. De acuerdo con la composición de glicérido purificado de la presente invención, es posible esperar que se reduzcan los contenidos de 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD en la composición de glicérido purificado.

### Ejemplos

La composición de glicérido purificado se describirá con mayor detalle a modo de Ejemplos de la presente invención, pero la presente invención no pretende estar limitada de ningún modo a estas descripciones.

Bajo las condiciones siguientes, se llevó a cabo un estudio sobre el efecto de la supresión de la formación de 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD en una composición de glicérido purificado, y posibilidad de reducción de los contenidos de estos componentes.

[Estudio de arcilla blanca usada en la etapa de tratamiento con arcilla blanca]

Se realizó un estudio sobre la influencia de una arcilla blanca usada en una etapa de tratamiento con arcilla blanca sobre la supresión de la formación de 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD en una composición de glicérido purificado.

[Medición del pH de la arcilla blanca]

A 20 g de agua desionizada se agregó 0,1 g de una arcilla alcalina usada en los Ejemplos o una arcilla ácida usada en los Ejemplos Comparativos y, a continuación, se midió el pH de la arcilla mediante un pH-metro portátil (nombre del modelo: PH.81, fabricado por Tokyo Glass Kikai K.K.) mientras se agitaba usando un agitador. Como resultado de ello, el pH de la arcilla ácida (nombre del producto: Super A, fabricada por Wantotik Clay Productos Sdn Bhd, Inc.) fue de 6,05, y el pH de la arcilla alcalina (nombre del producto: NB 14000, fabricada por Natural Bleach Sdn Bhd, Inc.) fue de 9,53.

### Ejemplo Comparativo 1

A aceite de palma bruto (cantidad expresada en términos de 3-MCPD, 0,0 ppm) se agregó una arcilla ácida (nombre del producto: Super A, fabricada por Wantotik Clay Productos Sdn Bhd, Inc.) en la cantidad del 1% en masa en base a la cantidad del aceite de palma bruto, seguido de blanqueo bajo presión reducida a 110°C durante 30 minutos y posterior eliminación de la arcilla ácida mediante filtración para obtener aceite blanqueado. A continuación, mientras se inyectaba vapor dentro del aceite blanqueado, se realizó un tratamiento de desodorización bajo presión reducida a 260°C durante 1 hora, para obtener una composición de glicérido purificado del Ejemplo Comparativo 1.

### Ejemplo 1

Se obtuvo una composición de glicérido purificado como Ejemplo 1, de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1, excepto que se usó 1% en masa de una arcilla alcalina (nombre del producto: Bleaching Earth, fabricada por Natural Bleach Sdn Bhd, Inc.) en lugar del 1% en masa de la arcilla ácida.

### Ejemplo 2

Se obtuvo una composición de glicérido purificado como Ejemplo 2, de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que la temperatura del tratamiento de desodorización se cambió a una temperatura de 230°C.

**Ejemplo Comparativo 2**

Se obtuvo una composición de glicérido purificado como Ejemplo Comparativo 2, de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1, excepto que la cantidad de la arcilla ácida se cambió al 2% en masa.

**Ejemplo 3**

5 Se obtuvo una composición de glicérido purificado como Ejemplo 3, de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que la cantidad de la arcilla alcalina se cambió al 2% en masa.

**Ejemplo 4**

Se obtuvo una composición de glicérido purificado como Ejemplo 4, de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la cantidad de la arcilla alcalina se cambió al 2% en masa.

10 [Procedimiento de determinación cuantitativa]

La determinación cuantitativa de 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD en una composición de glicérido purificado se realizó de acuerdo con un procedimiento modificado del procedimiento normalizado Alemán (DGF Standard Methods C-III 18(09)). De acuerdo con este procedimiento, puesto que el 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD se han convertido en 3-MCPD separado en la preparación de una muestra de medición, es posible medir la cantidad total de 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD como 3-MCPD separado.

15 Después de agregar 50 µl de una sustancia de patrón interno (20 µg/ml de solución de 3-MCPD-d5) a 100 mg de cada muestra de una composición de glicérido en los Ejemplos Comparativos 1 a 3 y los Ejemplos 1 a 6, se agregó 1 ml de una solución de metóxido sódico (0,5 mol/l en metanol) y la mezcla se hizo reaccionar a temperatura ambiente, descomponiéndose, de esta forma, un éster mediante saponificación. A continuación, se agregaron a la misma 3 ml de una solución de bromuro sódico acuoso (50%) conteniendo una pequeña cantidad de ácido acético y 3 ml de hexano, seguido de mezclado y eliminación posterior del hexano. En ese momento, el 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD se habían convertido completamente en 3-MCPD separado. Después de esto, se realizó un tratamiento con 500 µl de una solución de ácido fosfórico acuoso (12,5%), el producto obtenido se extrajo con 2 ml de hexano y la medición se realizó mediante una cromatografía de gas-espectrómetro de masa.

25 Usando el cromatograma obtenido mediante la medición con la cromatografía de gas-espectrómetro de masa, la fuerza iónica del 3-MCPD-d5 como el patrón interno se comparó con la del 3-MCPD, calculándose, de esta forma, la cantidad total de 3-MCPD y un éster de ácido graso de 3-MCPD en la composición de glicérido en términos de 3-MCPD separado.

[Condiciones analíticas de GC-MS]

30 Analizador fabricado por Shimadzu Corporation, nombre del modelo: QP-2010

Columna: nombre del producto: HP-5MS, fabricado por Agilent Technology (30 m de longitud, 0,25 mm de diámetro); temperatura de columna: 60°C (1 minuto) a 120°C (ritmo de incremento de temperatura de 10°C/minuto) a 190°C (ritmo de incremento de temperatura 6°C/minuto a 280°C (ritmo de incremento de temperatura 20°C/minuto)

35 Detector: MS (EI, SIM Mode)

Fraciones: inyección de 1 µl

Gas portador: He

40 En la Tabla 1 se muestran los resultados en los Ejemplos Comparativos 1 a 2 y los Ejemplos 1 a 4. En lo que sigue a continuación, "cantidad expresada en términos de 3-MCPD" en la tabla indica la cantidad total de 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD en una composición de glicérido purificado expresada en términos de 3-MCPD separado.

[Tabla 1]

	Condiciones de desodorización	Condición de la temperatura de desodorización	Cantidad expresada en términos de 3-MCPD (ppm)
Ejemplo Comparativo 1	Arcilla ácida 110°C, 30 minutos, 1% en masa	260°C	3,4

[Tabla 1] (Cont.)

	Condiciones de desodorización	Condición de la temperatura de desodorización	Cantidad expresada en términos de 3-MCPD (ppm)
Ejemplo 1	Arcilla alcalina 110°C, 30 minutos, 1% en masa	260°C	1,4
Ejemplo 2	Arcilla alcalina 110°C, 30 minutos, 1% en masa	230°C	1,3
Ejemplo Comparativo 2	Arcilla ácida 110°C, 30 minutos, 2% en masa	260°C	2,4
Ejemplo 3	Arcilla alcalina 110°C, 30 minutos, 2% en masa	260°C	1,1
Ejemplo 4	Arcilla alcalina 110°C, 30 minutos, 2% en masa	230°C	0,7

Los resultados revelan que la cantidad total de 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD en la composición de glicérido purificado obtenida (cantidad expresada en términos de 3-MCPD) se reduce drásticamente al poner en contacto aceite de palma bruto con una arcilla alcalina en una etapa de tratamiento con arcilla blanca, en comparación con el caso de poner en contacto aceite de palma bruto con una arcilla ácida (Tabla 1: Ejemplos 1 a 4). Cuando la condición de temperatura de desodorización es de 230°C en la etapa de desodorización después de la etapa de tratamiento con arcilla blanca, se ejerce un efecto mayor de reducción de la cantidad total de 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD (expresado en términos de 3-MCPD) en comparación con el caso en el que la condición de temperatura de desodorización es de 260°C (Tabla 1: Ejemplos 1 a 4).

#### 10 Estudio de tratamiento con arcilla blanca en la etapa de re-blanqueo

La etapa de tratamiento con arcilla blanca en la presente invención puede ser una etapa de blanqueo. En este caso, es posible proporcionar adicionalmente una etapa de blanqueo (es decir, etapa de re-blanqueo). De acuerdo con ello, se llevó a cabo un estudio sobre la influencia de una arcilla blanca usada en la etapa de tratamiento con arcilla blanca (etapa de blanqueo) sobre la supresión de la formación de 3-MCPD, y un éster de ácido graso de 3-MCPD, en una composición de glicérido purificado, cuando se re-blanquea adicionalmente una composición de glicérido.

#### Ejemplo Comparativo 3

A la composición de glicérido purificado obtenida en el Ejemplo Comparativo 2 se agregaron 1,5% en masa de una arcilla ácida (fabricada por MIZUSAWA INDUSTRIAL CHEMICAL, LTD.), seguido de re-blanqueo bajo presión reducida a 110°C durante 20 minutos y posterior eliminación de la arcilla ácida mediante filtración, para obtener aceite re-blanqueado. A continuación, mientras se inyectaba vapor dentro del aceite re-blanqueado, se realizó la re-desodorización bajo presión reducida a 260°C durante 90 minutos, para obtener una composición de glicérido purificado del Ejemplo Comparativo 3.

#### Ejemplo 5

Se obtuvo una composición de glicérido purificado del Ejemplo 5 aplicando la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 3 a la composición de glicérido purificado obtenida en el Ejemplo 4.

#### Ejemplo 6

Se obtuvo una composición de glicérido purificado del Ejemplo 6 de la misma manera que en el Ejemplo 5, excepto que la temperatura se cambió a 240°C.

El cálculo de la cantidad expresada en términos de 3-MCPD se realizó de acuerdo con la descripción en el procedimiento de determinación cuantitativo. En la Tabla 2 se muestran los resultados en el Ejemplo Comparativo 3, y los Ejemplos 5 y 6.

[Tabla 2]

	Cantidad expresada en términos de 3-MCPD en la re-decoloración (ppm)	Cantidad expresada en términos de 3-MCPD en la re-desodorización (ppm)
Ejemplo Comparativo 3	3,2	3,3

[Tabla 2] (Cont.)

	Cantidad expresada en términos de 3-MCPD en la re-decoloración (ppm)	Cantidad expresada en términos de 3-MCPD en la re-desodorización (ppm)
Ejemplo 5	0,8	0,9
Ejemplo 6	0,8	0,9

5 Cuando se pone en contacto aceite de palma bruto con una arcilla alcalina antes de la etapa desodorización, la cantidad total de 3-MCPD, y de éster de ácido graso de 3-MCPD (cantidad expresada en términos de 3-MCPD) se suprimió incluso cuando la composición de glicérido purificado obtenida se puso en contacto con una arcilla ácida en la etapa de re-blanqueo (Ejemplos 5 y 6).

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento de producción de una composición de glicérido purificado, **caracterizado por** comprender una etapa de un tratamiento con arcilla alcalina, en el que una composición de glicérido, la cual no ha sido sometida a una etapa de desodorización, y  
5 una arcilla alcalina  
se ponen en contacto entre sí,  
en el que la arcilla alcalina tiene la composición siguiente: 50 a 60% en masa de SiO<sub>2</sub>, 10 a 20% en masa de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3 a 10% en masa de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2 a 9% en masa de MgO y 1 a 5% en masa de CaO.
- 10 2. El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa de tratamiento con arcilla alcalina es una etapa de blanqueo, y además se incluye una etapa de desodorización después de la etapa de tratamiento con arcilla alcalina.
3. El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la etapa de desodorización se realiza bajo condiciones de temperatura de 100 a 260°C.
- 15 4. El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con la reivindicación 2 ó 3, que comprende además una etapa de re-purificación después de la etapa de desodorización.
5. El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la etapa de re-purificación incluye una etapa de re-blanqueo.
6. El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la etapa de re-blanqueo se realiza poniéndola en contacto con una arcilla ácida.
- 20 7. El procedimiento de producción de la composición de glicérido purificado de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la composición de glicérido es aceite de palma.