

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 613 987**

51 Int. Cl.:

C11B 3/00 (2006.01)

C11B 3/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.07.2011 PCT/CN2011/077096**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.01.2012 WO2012006950**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2011 E 11806292 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.11.2016 EP 2594625**

54 Título: **Procedimiento de control del nivel de 3-cloro-1,2-propanodiol o ésteres de los mismos en aceites y grasas**

30 Prioridad:

16.07.2010 CN 201010228009

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

29.05.2017

73 Titular/es:

**WILMAR (SHANGHAI) BIOTECHNOLOGY
RESEARCH & DEVELOPMENT CENTER CO.,
LTD. (100.0%)**

**A Area, No 118 Gaodong Road Gaodong
Industrial Park Pudong New District
Shanghai 200137, CN**

72 Inventor/es:

JIANG, YUANRONG;

LUO, WEI;

WANG, YONG;

LIU, YETING y

GUI, LEE KEE

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 613 987 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 control del nivel de 3-cloro-1,2-propanodiol o ésteres de los mismos en aceites y grasas

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para el procesamiento de aceites y grasas comestibles. En particular, la presente invención se refiere a un procedimiento modificado para el procesamiento de aceites y grasas comestibles, es decir, un procedimiento para controlar la cantidad de 3-cloro-1,2-propanodiol o un éster del mismo (3-MCPD/3-MCPD FE) durante el refinado de aceites y grasas.

Antecedentes de la invención

10 Aceite crudo generalmente se refiere a los aceites y grasas extraídas de plantas o animales mediante un procedimiento de lixiviación o prensado, aunque contiene ciertas impurezas no comestibles o industriales.

15 El componente principal del aceite crudo es una mezcla de ácidos grasos de triglicéridos, que generalmente se conoce como aceite neutro. Además del aceite neutro, el aceite crudo también comprende sustancias no glicéridicas (denominadas colectivamente como impurezas). Las impurezas se pueden clasificar de forma general según sus tipos, propiedades y estados en tres categorías, es decir, impurezas mecánicas, impurezas solubles en grasa e impurezas solubles en agua.

20 El refinado del aceite y la grasa se refiere en general al refinado de aceite crudo. Las impurezas en el aceite crudo no solo afectan a la comestibilidad y el almacenamiento seguro de aceites y grasas, sino que también dificultan el procesamiento intensivo. Mientras tanto, en lugar de eliminar todas las impurezas, el refinado se dirige a la eliminación de las impurezas que son perjudiciales para la comestibilidad, el almacenamiento y la producción industrial, etc., incluyendo gosispol, proteínas, fosfolípidos, lodos, agua y similares, mientras se mantienen las "impurezas" beneficiosas, tales como el tocoferol, etc. Por lo tanto, el fin de los aceites y grasas de refinado es eliminar las impurezas indeseables y perjudiciales de los aceites y grasas para la fabricación de productos de aceite que satisfacen ciertos estándar(es) de calidad basado en diversos requisitos y aplicaciones.

25 El 3-MCPD es un contaminante cancerígeno comúnmente reconocido en todo el mundo, que se produce principalmente durante el procesamiento de productos alimenticios. El procedimiento de refinado de aceites y grasas aumenta en gran medida el contenido del 3-MCPD, cuya presencia en aceites y grasas se encuentra principalmente en las formas de alcohol y éster, con el éster como forma dominante. Además, su cantidad varía entre los diferentes aceites. La Agencia de ensayos químicos y veterinarios (AEQV, Alemania) clasifica la cantidad del 3-MCPD en los aceites y grasas vegetales comunes en los tres niveles siguientes:

- 30
1. Nivel bajo (0,5-1,5 ppm): aceite de soja, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de coco, etc.;
 2. Nivel medio (1,5-4 ppm): aceite de cacahuete, aceite de cártamo, aceite de semilla de algodón, aceite de salvado de arroz, aceite de maíz, aceite de oliva, etc.;
 3. Nivel alto (> 4 ppm): aceites y grasas hidrogenadas, aceite para freír sólida, aceite de palma, etc.

35 Se ha descubierto que el aceite de palma refinado contiene 4-30 mg/kg del 3-MCPD, el nivel más alto de todos los aceites.

40 En 2002, la Unión Europea estableció una ingesta diaria tolerable (IDT) de 2 µg por kilogramo de peso corporal al día para la ingesta del 3-MCPD procedente de los alimentos. Según el Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) alemán, al asumir la hidrólisis completa del 3-MCPD FE a 3-MCPD libre por la lipasa, estos niveles sobrepasan con mucho la norma de seguridad. Por ejemplo, la cantidad en leche infantil en polvo es de 12,5-20 veces el valor de la IDT, y la cantidad en aceites y grasas vegetales para el consumo de adultos es de 5-10 veces el valor de la IDT.

45 En resumen, es urgente modificar el procedimiento de refinado de aceites y grasas para evitar problemas de seguridad. En "Influencia del procedimiento de refinado químico y el tipo de aceite sobre el contenido de 3-cloro-1,2-propanodiol unido en aceite de palma y aceite de colza" (2009), K. Franke comparó el efecto del procedimiento de refinado químico sobre el contenido de 3-MCPD en palma aceite crudo, aceite de palma refinado y aceite de semilla de colza crudo. Los resultados mostraron que la cantidad del 3-MCPD era de aproximadamente 4,56 ppm en el refinado de aceite de palma, de aproximadamente 4,39 ppm en el aceite de palma refinado (refinado una vez), y de casi 1,04 ppm en el aceite de semilla de colza. Estas concentraciones todavía eran bastante altas.

50 Los estudios sobre la temperatura y el tiempo de los procedimientos de blanqueamiento y desodorización mostraron que el 3-MCPD se forma principalmente en el procedimiento de desodorización, y en particular en los primeros 20 minutos. Es bien conocido en la técnica que el procedimiento de desodorización de aceites y grasas generalmente dura 45-90 minutos, de lo contrario, no se pueden optimizar los índices que incluyen el olor y el sabor, el color y valor de ácido de los aceites refinados y grasas. Investigaciones adicionales mostraron que los mono- y di-glicéridos pueden ser los precursores del 3-MCPD. Sin embargo, la reducción de las cantidades de estos precursores en aceites y grasas inevitablemente requiere ciertas estrategias, tales como la reacción enzimática o la destilación molecular, que son poco prácticas en el procesamiento real debido a los altos costos o dificultades para su

55

aplicación en la producción industrial.

Por lo tanto, hay una necesidad acuciante de un nuevo procedimiento para la reducción del 3-MCPD y el 3-MCPD FE en los aceites refinados.

Sumario de la invención

5 La presente invención es proporcionar un procedimiento para controlar eficazmente el 3-MCPD y el 3-MCPD FE durante el refinado de aceites y grasas, sin aumentar indebidamente el coste de producción industriales. Los procedimientos de la presente invención se pueden usar en la producción industrial de alimentos, con lo que se consigue una producción industrial. Otro fin de la presente invención es proporcionar un procedimiento optimizado y aceites refinados y grasas de alta calidad producidos por el procedimiento optimizado.

10 Los fines de la presente invención se pueden realizar a través del esquema de la siguiente manera:

Un procedimiento para controlar la cantidad de 3-MCPD y 3-MCPD FE durante el refinado de aceites y grasas, dicho refinado de aceites y grasas que comprenden una etapa de blanqueamiento (D), y una etapa de desodorización (G), en el que el procedimiento comprende:

15 una etapa de desgomado (A) antes de la etapa de blanqueamiento (D),
una etapa de refinado alcalino (B) y una etapa de eliminación de jabón (C) entre la etapa de desgomado (A) y la etapa de blanqueamiento (D), en el que la etapa de refinado alcalino (B) comprende la adición de una solución alcalina a la fase de aceite obtenida de la etapa (A) para neutralizar la fase de aceite obtenida de la etapa (A), y la etapa de eliminación de jabón (C) comprende la adición de agua caliente a la fase de aceite obtenida de la etapa (B) para eliminar la pasta de neutralización; y
20 las etapas (E) y (F) entre la etapa de blanqueamiento (D) y la etapa de desodorización (G), en el que la etapa (E) comprende puesta en contacto del aceite blanqueado con agua, dicha puesta en contacto que comprende (E1) mezclar con agua y/o (E2) transesterificar, y en la que la etapa (F) comprende el aislamiento de la fase de agua y el secado de la fase de aceite obtenida de la etapa (E1) o (E2).

25 Franke K et al.: " Influencia del procedimiento de refinado químico y el tipo de aceite sobre el contenido de 3-cloro-1,2-propanodiol unido en el aceite de palma y aceite de colza ", Lwt - Food Science and Technology, Academic Press, Reino Unido, vol. 42, n.º 10, 1 de diciembre de 2009, pp. 1751-1754, xp026502436 también trata el problema del 3-MCPD. En dicho documento, se encontró que la reducción de la temperatura de la etapa de desodorización disminuye la formación de ésteres del 3-MCPD en aceite refinado. Sin embargo, dicho documento no enseña que entre la etapa de blanqueamiento y la etapa de desodorización, se realiza una etapa de tratamiento del aceite con agua o una etapa de transesterificación, seguido por una separación del agua y el secado del aceite.

30 En una realización preferida, la cantidad de agua utilizada en la etapa (E1) está en el intervalo del 0,5 al 30 % en peso, tal como del 0,5 al 20 % en peso, del 0,5 al 10 % en peso, del 2-20 % en peso, o similares, del aceite blanqueado. La mezcla en la etapa (E1) se realiza a una temperatura no superior a 100 °C, tal como no superior a 95 °C. Por ejemplo, la etapa de mezcla se realiza a una temperatura en el intervalo de 60-100 °C, preferentemente de 70-95 °C, y mejor de 80-95 °C.

35 En una realización preferida, la etapa de transesterificación (E2) comprende calentar el aceite blanqueado obtenido de la etapa (D) de 60 a 120 °C y la adición de un catalizador en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado. El catalizador puede ser metóxido de sodio. El catalizador también puede ser (1) NaOH y (2) metal alcalino (que se usan generalmente en combinación con glicerina). La etapa de transesterificación se realiza al vacío durante 15-60 minutos, tal como 30 minutos, y a continuación se termina la reacción. Después de terminar la reacción, el aceite se lava con agua hasta que se obtiene un pH neutro.

40 Como alternativa, la etapa de transesterificación (E2) comprende hacer fluir el aceite blanqueado de la etapa (D) a través de una columna de relleno (con enzimas inmovilizadas tal como Lipozyme TL IM, etc.) en contracorriente o el calentamiento a 40 °C-60 °C, añadiendo una enzima de transesterificación en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado y reaccionar al vacío durante 30-120 minutos (por ejemplo, 30 minutos), y a continuación se termina la reacción. Después de terminar la reacción, el producto se lava con agua caliente 3 veces hasta que se obtiene un pH neutro. La fase de aceite se aísla por centrifugación.

45 La enzima de transesterificación usada en la presente invención incluye varias enzimas inmovilizadas disponibles en el mercado o el caldo de fermentación correspondiente, como Lipozyme TL IM, Lipozyme RM y otras disponibles en Novozymes, y enzimas inmovilizadas o el caldo de fermentación correspondiente de Amano Enzyme.

50 La etapa de desgomado incluye un procedimiento de mezcla del aceite crudo, el medio de desgomado y el agua, etc. El medio de desgomado se puede seleccionar del grupo que consiste en una solución de ácido cítrico, una solución de ácido fosfórico y degumasa. Si se utiliza degumasa, el sistema de reacción generalmente se mantiene de 50 a 80 °C, con un pH de 5-6 durante 2-4 horas. En la producción industrial, se puede utilizar tampón de ácido cítrico (NaOH) para ajustar el pH a 5-6. El medio de desgomado se utiliza en una cantidad no inferior al 0,05 % en peso del aceite crudo. El agua se utiliza en una cantidad no inferior al 0,5 % en peso del aceite crudo. La

concentración de ácido en el medio de desgomado es no inferior al 5 % en peso basado en el peso total de la solución.

5 Generalmente, el medio de desgomado es no superior al 2 % en peso del aceite crudo. La cantidad de agua utilizada en cada etapa de desgomado es no superior al 30 % en peso del aceite, tal como en el intervalo del 0,5 al 20 % en peso, del 0,5 al 10 % en peso, del 5 al 25 % en peso. Dicha cantidad de agua no incluye el agua del medio de desgomado. Generalmente, la concentración de ácido es no superior al 80 % en peso, tal como en el intervalo del 5 al 65 % en peso, del 10 al 60 % en peso o del 20 al 50 % en peso. El desgomado con agua sola puede ser difícil para reducir la cantidad de fosfolípido en los aceites y grasas (incapaz de eliminar los fosfolípidos no hidratables mediante la conversión a fosfolípido hidratable).

10 Convencionalmente, el medio de blanqueamiento utilizado en la etapa de blanqueamiento (D) se puede seleccionar del grupo que consiste en arcilla natural, arcilla activada, carbón activado, arcilla de atapulgita, etc., preferentemente, arcilla de baja acidez activada por ácido sulfúrico (que tiene un pH cercano a la neutralidad).

En una realización preferida, la etapa de blanqueamiento (D) comprende:

- 15
- (i) calentar la fase de aceite de la etapa (C) a 80-90 °C al vacío;
 - (ii) añadir el medio de blanqueamiento, tal como la arcilla activada por ácido sulfúrico;
 - (iii) calentar adicionalmente de 100 a 110 °C durante al menos 10 minutos con agitación al vacío; y
 - (iv) eliminar el medio de blanqueamiento por filtración.

20 En una realización, la cantidad de agua usada en la etapa (E1) es igual o superior al 0,5 % en peso del aceite blanqueado de la etapa (D), generalmente dentro del 30 % en peso, tal como del 0,5 al 20 % en peso, del 0,5 al 10 % en peso, y del 5 al 25 % en peso. La mezcla se realiza a 60-120 °C, generalmente no superior a 100 °C (por ejemplo, a 95 °C). Por ejemplo, la mezcla se realiza a 70-95 °C o 80-95 °C.

25 La presente invención proporciona un procedimiento para controlar la formación de 3-MCPD y también de 3-MCPD FE durante la desodorización de aceites y grasas, incluyendo, antes de la etapa de desodorización, una etapa de aclarado (E) para aclarar el aceite blanqueado con agua. La etapa de aclarado comprende una etapa de mezcla (E1) con agua y/o una etapa de transesterificación (E2), y una etapa (F) para aislar la fase acuosa y secar la fase de aceite resultante.

El aceite blanqueado puede estar disponible en el mercado o se puede obtener mediante técnicas de refinado convencionales.

30 En una solución técnica preferida, el procedimiento comprende además, después de la etapa de desodorización, una etapa (E) de puesta en contacto adicional del aceite refinado desodorizado con agua, en el que la etapa (E) comprende (E1) mezclar con agua y/o (E2) una etapa de transesterificación; y una etapa (F) de secado de la fase de aceite resultante que contiene agua. Dichas etapas (E1) y (E2) se pueden realizar como se ha mencionado anteriormente.

35 La presente invención también proporciona un procedimiento para refinar los aceites y grasas que comprenden las siguientes etapas:

- 40
- (A) una etapa de desgomado por acidificación y aclarado;
 - (A-1) secar la fase de aceite de la etapa (A);
 - (D) blanquear la fase de aceite de la etapa (A-1);
 - (E1) mezclar el aceite blanqueado de la etapa (D) con agua; y/o
 - (E2) etapa de transesterificación;
 - (F) el aislamiento de la fase de agua, el secado de la fase de aceite de la etapa (E1) y/o (E2); y
 - (G) desodorizar la fase de aceite de la etapa (F) mediante la introducción de nitrógeno gaseoso o vapor en dicha fase oleosa.

45 Preferentemente, el procedimiento para el refinado de aceites y grasas comprende además, entre la etapa (A) y la etapa (D), una etapa de refinado alcalino (B) en la que se añade una solución alcalina para neutralizar la fase de aceite de la etapa (A-1), una etapa de eliminación de jabón (C) en la que se añade agua caliente a la fase de aceite de la etapa (B) para eliminar la pasta de neutralización, y una etapa de aislamiento y secado (C-1) en la que se retira la fase acuosa y se seca la fase oleosa de la etapa (C).

50 Las etapas (E1) y (E2) y la etapa de desgomado son como se ha descrito anteriormente. El medio de desgomado se utiliza en una cantidad no inferior al 0,05 % en peso del aceite crudo. El agua se utiliza en una cantidad no inferior al 0,5 % en peso del aceite crudo. La concentración de ácido es no inferior al 5 % en peso basado en el peso total de la solución.

55 Generalmente, el medio de desgomado es no superior al 2 % en peso del aceite crudo. La cantidad de agua utilizada en cada etapa de desgomado es no superior al 30 % en peso del aceite, tal como en el intervalo del 0,5 al 20 % en peso, del 0,5 al 10 % en peso, del 5 al 25 % en peso. Dicha cantidad de agua no incluye el agua del medio

de desgomado. La concentración de ácido en general es no superior al 80 % en peso, tal como en el intervalo del 5 al 65 % en peso, del 10 al 60 % en peso o del 20 al 50 % en peso.

La etapa de desgomado (D) incluye:

- 5
- (i) calentar la fase de aceite de la etapa (C-1) a 80-90 °C al vacío;
 - (ii) añadir una arcilla activada por ácido sulfúrico;
 - (iii) calentar adicionalmente de 100 a 110 °C durante al menos 10 minutos con agitación al vacío; y
 - (iv) eliminar la arcilla por filtración.

10 En una realización, la cantidad de agua usada en la etapa (E1) es igual o superior al 0,5 % en peso del aceite blanqueado de la etapa (D), generalmente dentro del 30 % en peso, tal como del 0,5 al 20 % en peso, del 0,5 al 10 % en peso, y del 5 al 25 % en peso. La mezcla se realiza a 60-120 °C, generalmente no superior a 100 °C (por ejemplo, a 95 °C). Por ejemplo, la mezcla se realiza a 70-95 °C o 80-95 °C.

15 El aceite crudo o el aceite blanqueado que se utiliza en la presente invención pueden ser aceites y grasas extraídas de material de aceite vegetal o animal mediante procedimientos de lixiviación o prensado, incluyendo pero no limitado a los aceites y grasas vegetales y aceites y grasas animales, tales como aceite de soja, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de coco, aceite de cacahuete, aceite de cártamo, aceite de semilla de algodón, aceite de salvado de arroz, aceite de maíz, aceite de oliva, aceites y grasas hidrogenadas, aceite de palma, etc., o mezclas de los mismos.

El aceite refinado obtenido a partir del procedimiento de la presente invención comprende menos de 0,5 ppm del 3-MCPD y del 3-MCPD FE, basado en el peso total del aceite refinado.

20 En una realización, se realiza una etapa (E) de aclarado del aceite blanqueado entre la etapa de blanqueamiento (D) y la etapa de desodorización (G), en el que la etapa (E) se refiere a una etapa de aclarado (E1) mediante la mezcla con agua o sustancias que contienen agua, tal como una solución de etanol, o un procedimiento químico o físico que comprende una etapa de puesta en contacto del aceite blanqueado con agua, tal como la etapa de transesterificación (E2).

25 En una realización, después de la etapa de desodorización, el aceite de la etapa de desodorización se puede someter a procesamiento de cristalización por congelación.

En otra realización, antes de la etapa de blanqueamiento, el aceite a blanquear se puede someter a procesamiento de cristalización por congelación.

30 El procesamiento de cristalización por congelación se puede realizar con los procedimientos bien conocidos en la técnica. Preferentemente, el procesamiento de cristalización por congelación se puede realizar de acuerdo con los procedimientos descritos en los Ejemplos 14 y 15 de este documento.

Realizaciones específicas

35 Después de una investigación extensiva e intensiva, los inventores sorprendentemente han descubierto que se puede reducir de forma ventajosa la cantidad de 3-MCPD o 3-MCPD FE en el aceite refinado durante el refinado de aceites y grasas si se incorpora agua en la fase de aceite, específicamente antes de la etapa de desodorización y a continuación, el aislamiento de la fase de agua, seguido por secado de la fase de aceite antes del procesamiento de desodorización.

40 Los inventores también han descubierto que la cantidad de 3-MCPD o 3-MCPD FE en el aceite refinado se puede reducir de manera efectiva mejorando la etapa de desgomado en el procedimiento de refinado de aceites y grasas. En particular, la etapa de desgomado es una etapa de desgomado por acidificación y aclarado, lo que podría reducir eficazmente la cantidad de sustancias tales como fosfolípidos, lo que reduce aún más la cantidad del 3-MCPD o 3-MCPD FE en el aceite refinado.

45 En el procedimiento de refinado de la técnica anterior para aceites y grasas, la etapa de refinado alcalino (o etapa de neutralización) y la etapa de eliminación de jabón son opcionales. Sin embargo, los presentes inventores han descubierto que la etapa de refinado alcalino y la posterior etapa de eliminación de jabón pueden contribuir a la reducción de las cantidades de sustancias de fósforo y los precursores de 3-MCPD o 3-MCPD FE, tales como iones de cloro, lo que reduce aún más la cantidad de 3-MCPD o 3-MCPD FE en el aceite refinado.

50 Específicamente, la presente invención proporciona un procedimiento para controlar la formación de 3-MCPD y 3-MCPD FE durante la desodorización de aceites y grasas, y el procedimiento comprende una etapa de aclarado (a) y una etapa de secado (b) antes de una etapa de desodorización, en la etapa de aclarado (a) el aceite blanqueado se mezcla con agua pura para el lavado a una temperatura no superior a 95 °C y a continuación los aceites y grasas se aíslan por centrifugación, en el que el agua comprende el 0,5 % en peso o más del aceite blanqueado, y en la etapa de secado (b) la fase de aceite se calienta a 80-110 °C durante 5-30 minutos y se mantiene al vacío para obtener el aceite aclarado y seco.

- Además de lo mencionado anteriormente, los inventores señalan que, controlando eficazmente la cantidad de sustancias que contienen fósforo, tales como fosfolípidos, durante el procedimiento de refinado se puede reducir ventajosamente la cantidad de 3-MCPD o 3-MCPD FE en el aceite refinado. En particular, disminuir la cantidad de sustancias que contienen fósforo en los aceites y grasas antes de la etapa de desodorización favorece la reducción de la cantidad de 3-MCPD o 3-MCPD FE.
- 5 En base al peso total, cuando el aceite blanqueado que se menciona en los procedimientos anteriores comprende menos de 5 ppm, preferentemente menos de 3 ppm, mejor menos de 1 ppm de fósforo (PHOS), la cantidad de 3-MCPD o 3-MCPD FE se puede reducir a un nivel distintivo, tal como inferior a 0,5 ppm.
- 10 El aceite blanqueado que se utiliza en la presente invención pueden ser aceites y grasas extraídas de la planta o el animal mediante procedimientos de lixiviación o prensado y que se ha sometido a refinado y blanqueamiento, incluyendo pero no limitado a los aceites y grasas vegetales y aceites y grasas animales, tales como aceite de soja, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de coco, aceite de cacahuete, aceite de cártamo, aceite de semilla de algodón, aceite de salvado de arroz, aceite de maíz, aceite de oliva, aceites y grasas hidrogenadas, aceite de palma, etc., o mezclas de los mismos.
- 15 Preferentemente, en los procedimientos anteriores, las etapas (a) y (b) se duplican 1 o 2 o más veces.
- Después de la etapa (b) de los procedimientos anteriores, se puede realizar una etapa (c) mediante la introducción de nitrógeno gaseoso o vapor como medio de desodorización a un grado de vacío no superior a 25 mBara (2500 Pa) a una temperatura adecuada para realizar la desodorización durante 45-90 minutos. El vacío se puede liberar a una temperatura por debajo de 50 °C y el aceite refinado se puede obtener por filtración después de la desodorización.
- 20 La presente invención también proporciona un procedimiento para la producción de aceites y grasas refinadas, que comprende las etapas siguientes:
- (A) desgomado por acidificación y aclarado, incluyendo la mezcla del aceite crudo, el medio de desgomado y el agua pura de 80 a 90 °C, agitando durante 30-40 minutos y a continuación aislar por centrifugación para obtener la fase de aceite 1;
- 25 (A-1) secado, que comprende calentar la fase de aceite 1 de 80 a 110 °C y a continuación agitar durante 5-30 minutos mientras se mantiene el vacío;
- (D) blanqueamiento, que comprende calentar a 80-90 °C al vacío, añadiendo el agente de blanqueamiento, y a continuación, el calentamiento adicional de 100 a 110 °C, agitando durante no menos de 10 minutos al vacío, y a continuación retirar el agente de blanqueamiento por filtración para obtener el aceite blanqueado;
- 30 (E) aclarado, que comprende la adición de agua pura en una cantidad no inferior al 0,5 % en peso del peso de aceite al aceite blanqueado de 75 a 90 °C para aclarar, y aislar por centrifugación para obtener la fase de aceite 2;
- (F) secado, que comprende calentar la fase de aceite 2 a 80-110 °C durante 5-30 minutos, mientras se mantiene al vacío;
- 35 (G) desodorización, que comprende la introducción de nitrógeno gaseoso o vapor como medio de desodorización a un grado de vacío no superior a 25 mBara (2500 Pa) a una temperatura adecuada para realizar la desodorización durante 45-90 minutos, liberando el vacío a una temperatura por debajo de 50 °C y obteniendo el aceite refinado por filtración después de la desodorización.
- 40 Sobre una base de peso total, la cantidad de fósforo (PHOS) en el aceite blanqueado obtenido en la etapa (D) es de 5 ppm o menos, preferentemente de 3 ppm o menos, o mejor de 1 ppm o menos.
- Preferentemente, la etapa (A) del procedimiento anterior se repite 2 o 3 veces.
- Preferentemente, las etapas (A) a (G) del procedimiento anterior se repiten 2 o 3 veces.
- En una realización preferida de la presente invención, el procedimiento para el refinado de aceites comprende las siguientes etapas:
- 45 (1) desgomado por acidificación y aclarado, incluyendo la mezcla del aceite crudo, el medio de desgomado y el agua pura de 80 a 90 °C, agitando durante 30-40 minutos y a continuación aislar por centrifugación para obtener la fase de aceite 1;
- (2) secado, que comprende calentar la fase de aceite 1 de 80 a 110 °C y a continuación agitar durante 20-30 minutos mientras se mantiene el vacío;
- 50 (3) refinado alcalino (neutralización), que comprende la adición de una cantidad adecuada de solución alcalina a la fase de aceite 1 seca por reacción a 80-90 °C;
- (4) eliminación de jabón, que comprende la adición de una cantidad adecuada de agua caliente a 80-90 °C para eliminar la pasta de neutralización;
- (5) secado, que comprende calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos mientras se mantiene al vacío;
- 55 (6) blanqueamiento, que comprende calentar a 80-90 °C al vacío, añadiendo el agente de blanqueamiento, y a

continuación, el calentamiento adicional de 100 a 110 °C, agitando durante no menos de 10 minutos al vacío, y a continuación retirar el agente de blanqueamiento por filtración para obtener el aceite blanqueado;

(7) aclarado, que comprende la adición de agua pura en una cantidad no inferior al 0,5 % en peso del peso de aceite al aceite blanqueado de 70 a 95 °C para aclarar, y a continuación aislar por centrifugación para obtener la fase de aceite 2;

(8) secado, que comprende calentar la fase de aceite 2 a 80-110 °C durante 5-30 minutos, mientras que mantiene al vacío para obtener un aceite refinado;

(9) desodorización, que comprende la introducción de nitrógeno gaseoso o vapor como medio de desodorización a un grado de vacío no superior a 25 mBara (2500 Pa) a una temperatura adecuada para realizar la desodorización durante 45-90 minutos, liberando el vacío a una temperatura por debajo de 50 °C y obteniendo el aceite refinado por filtración después de la desodorización.

Sobre una base de peso total, la cantidad de fósforo (PHOS) en el aceite blanqueado obtenido en la etapa (6) es de 5 ppm o menos, preferentemente de 3 ppm o menos, más preferentemente de 1 ppm o menos.

Preferentemente, la etapa (1) del procedimiento anterior se repite 2 o 3 veces.

Preferentemente, las etapas (1) a (9) del procedimiento anterior se repiten 2 o 3 veces.

La solución alcalina en la etapa (3) puede ser cualquier solución alcalina, preferentemente seleccionada del grupo que consiste en una solución de NaOH y una solución de KOH. La solución alcalina tiene una concentración no superior al 35 % en peso. El agua caliente usada en la etapa (4) puede tener una temperatura de 50 °C o superior.

En el procedimiento para la preparación de un aceite refinado de la presente invención, el medio de desgomado utilizado en la etapa de desgomado es una solución de ácido cítrico con una concentración de ácido no inferior al 5 % en peso basado en el peso total de la solución.

En el procedimiento para la preparación de un aceite refinado de la presente invención, el medio de desgomado es no inferior al 0,05 % en peso del aceite crudo y el agua es no inferior al 0,5 % en peso del aceite crudo.

En el procedimiento para la preparación de un aceite refinado de la presente invención, la etapa de blanqueamiento se puede realizar con procedimientos de blanqueamiento convencionales en la técnica. El agente de blanqueamiento puede contener, pero no está limitado a arcilla natural, arcilla activada, carbón activado, arcilla de atapulgita, etc., preferentemente, arcilla activada por ácido sulfúrico.

Preferentemente, en el procedimiento para preparar un aceite refinado de la presente invención, se realiza una etapa de aclarado adicional después de la etapa de desodorización (9), y a continuación el aceite se seca para asegurar que el aceite refinado final está libre de agua. En otras palabras, las etapas, incluyendo el aclarado seguido del aislamiento de agua y secado de la fase de aceite son idénticas a las etapas (7) y (8) en el procedimiento de la presente invención.

En el procedimiento para la preparación de un aceite refinado de la presente invención, se puede incorporar una etapa de transesterificación (incluyendo el aclarado) con el secado en cualquier etapa del procedimiento. La etapa de transesterificación con el secado puede ser un procedimiento convencional en la técnica, tal como, pero no limitado a la mezcla del aceite y la grasa con metóxido de sodio, terminando la reacción con una solución de ácido cítrico, aclarando la mezcla a un pH neutro, obteniendo la fase de aceite por centrifugación, y secando el aceite a una temperatura elevada al vacío.

Como se usa en el presente documento, el "aceite crudo" se refiere a los aceites y grasas extraídas de plantas o animales mediante procedimientos de lixiviación o prensado, incluyendo pero no limitado a aceites y grasas vegetales y aceites y grasas animales, tales como aceite de soja, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de coco, aceite de cacahuete, aceite de cártamo, aceite de semilla de algodón, aceite de salvado de arroz, aceite de maíz, aceite de oliva, aceites y grasas hidrogenadas, aceite de palma, etc., o mezclas de los mismos. La cantidad de 3-MCPD en el aceite crudo es de 0,3 ppm o más, basado en el peso total del aceite crudo. En la presente invención, se prefiere aceite de palma crudo con no más del 3 % en peso de ácidos grasos libres.

Tal como se utiliza en el presente documento, el término "aceite refinado" se refiere a aceites y grasas que comprenden menos de 1 ppm de 3-MCPD, basado en el peso total del aceite refinado.

El aceite refinado obtenido a partir del procedimiento de la presente invención comprende menos de 0,5 ppm de 3-MCPD y/o 3-MCPD FE, basado en el peso total del aceite refinado.

En este documento también se describe un procedimiento para mejorar la calidad de un aceite refinado y grasa, que incluye las etapas de desgomado mediante acidificación, refinado alcalino, aclarado y secado, en el que el procedimiento comprende además, en el siguiente orden, las etapas de cristalización por congelación, blanqueamiento y desodorización. En algunas realizaciones, varios días después del aclarado y secado, tales como después de 5 días o más, 10 días o más, 20 días o más, o 30 días o más, el aceite y la grasa se someten a cristalización por congelación, re-blanqueamiento y re-desodorización. En una realización específica, 5-40 días

después del aclarado y secado, tales como después de 10-30 días, el aceite y la grasa se someten a cristalización por congelación, re-blanqueamiento y re-desodorización.

La presente invención también incorpora un procedimiento para transportar el aceite y la grasa, que incluye las etapas de desgomado mediante acidificación, refinado alcalino, aclarado y secado, en el que el aceite y la grasa obtenida después del aclarado y secado se transportan a temperaturas normales o con refrigeración. En algunas realizaciones, después del transporte anterior, el aceite y la grasa aclarados y secos se someten a tratamientos de cristalización por congelación, re-blanqueamiento y re-desodorización. Las etapas anteriores, tales como el desgomado mediante acidificación, refinado alcalino, aclarado y secado, blanqueamiento, y desodorización, se pueden realizar de acuerdo con los procedimientos descritos en el presente documento. La cristalización por congelación se puede realizar, por ejemplo, de acuerdo con los procedimientos descritos en los Ejemplos 14 y 15 de la presente invención.

Las principales ventajas de la presente invención incluyen:

1. El aceite refinado obtenido por el procedimiento para la preparación de un aceite refinado de la presente invención comprende 0,5 ppm o menos de 3-MCPD y 3-MCPD FE.
2. El aceite refinado de la presente invención disminuye significativamente el problema de seguridad de los aceites y grasas.
3. El procedimiento para preparar un aceite refinado mediante la presente invención tiene bajo coste de producción y se podría industrializar fácilmente.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos específicos. Debe entenderse que los ejemplos sirven solo a efectos ilustrativos y de ninguna manera limitan el alcance de la invención. Salvo que se indique en particular, las condiciones específicas de los procedimientos experimentales de los ejemplos siguientes generalmente son las mismas que las condiciones convencionales o las mismas condiciones recomendadas por el fabricante. A menos que se indique lo contrario, los porcentajes, tasas, proporciones o partes mencionadas están calculados en peso.

La unidad de porcentaje en peso por volumen es bien conocida en la técnica. Por ejemplo, significa el peso de un soluto en 100 ml de una solución.

A menos que se defina lo contrario, todos los términos profesionales y científicos usados en este documento tienen los mismos significados que conoce comúnmente un experto en la materia. Además, en los procedimientos de la presente invención, se puede usar cualquiera de los procedimientos y materiales que son similares o equivalentes a los descritos en el presente documento. Los procedimientos y materiales descritos en este documento son solo ilustrativos preferidos.

En los siguientes ejemplos, la cantidad de 3-MCPD se determina por un procedimiento de medición indirecta que significa varios tratamientos previos antes de la medición por GC-MS (espectroscopía de masas-cromatografía de gases).

Ejemplo de ensayo 1: Relación entre la cantidad de fosfolípido y la cantidad de 3-MCPD en el aceite refinado y la grasa

La calidad de un aceite crudo se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1: Índices químicos y físicos convencionales de un aceite de palma crudo (aproximadamente el 3 % de FFA)

Muestra	Índice de acidez, mg de KOH/g	Índice de peróxidos mmol/kg	Cantidad de fósforo mg/kg	Color R/Y, 1"	Índice de yodo, g I/100 g	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite de palma crudo	6,05	0,20	10,54	20,3/30	52,63	0,52

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I). Se utilizó lecitina de pureza alta (> 95 %).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % en peso), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, y a continuación, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, seguido de la recogida de la fase ligera que contiene aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la

siguiente etapa de refinado;

2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;

3. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 110 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;

5 4. Aumento de la cantidad de fosfolípido: añadir una cierta cantidad de lecitina refinada a 70 °C, agitando a una velocidad uniforme durante 1 hora;

10 5. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	1,07	0,67
Aceite blanqueado después de la adición de lecitina	36,68	0,69
Aceite desodorizado	20,17	7,38

Este ejemplo de ensayo muestra que la cantidad de fosfolípido está en cierta medida relacionada con la cantidad de 3-MCPD en el aceite refinado y la grasa.

15 **Ejemplo 1: Desgomado en seco (sin aclarado y secado): ejemplo de control**

La calidad del aceite crudo se muestra en la Tabla 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

20 Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

1. Desgomado seco: mezclar el aceite con una solución de ácido cítrico (concentración del 50 %) en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, agitar durante 15 minutos a 90 °C al vacío, y a continuación, obtener la fase ligera por centrifugación;

25 2. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;

3. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

30 Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Color R/Y	Índice de acidez, mg de KOH/g	Cantidad de fósforo, ppm	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	18,1/11 (1")	6,13	4,38	0,67
Aceite refinado	2,1/20 (5")	0,11	1,25	4,1

Este ejemplo indica que la formación de 3-MCPD en el aceite blanqueado obtenido a partir del procedimiento de desgomado en seco convencional se ha mejorado sustancialmente tras la etapa de desodorización.

Ejemplo 2: Desgomado por acidificación y aclarado con una combinación de refinado físico

35 La calidad del aceite crudo se muestra en la Tabla 1 del Ejemplo de ensayo 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 5 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % en peso), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera que contiene aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la siguiente etapa de refinado;
- 10 2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
3. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 110 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
4. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Índice de acidez, mg de KOH/g	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	1,46	6,13	0,69
Aceite refinado	0,54	0,18	0,92

15 Este ejemplo ilustra que la etapa de desgomado por acidificación y aclarado puede suprimir la formación de 3-MCPD durante la etapa de desodorización.

Ejemplo 3: Desgomado en seco con una combinación de aclarado del aceite blanqueado

20 Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 25 1. Desgomado seco: mezclar el aceite con una solución de ácido cítrico (concentración del 50 %) en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, agitar durante 15 minutos a 90 °C al vacío, y a continuación, obtener la fase ligera por centrifugación;
2. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 30 3. Aclarado: añadir agua desionizada, que se precalentó a 80 °C o superior, en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite blanqueado, agitar a 85 °C durante 10 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación;
4. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
- 35 5. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Color R/Y	Índice de acidez, mg de KOH/g	Cantidad de fósforo, ppm	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	13,4/18 (1")	6,32	4,20	0,59
Aceite refinado	2,4/20 (5")	0,08	1,13	3,4

En comparación con el Ejemplo 1, la introducción de una etapa de aclarado después de la etapa de blanqueamiento en este Ejemplo disminuye la cantidad de 3-MCPD en el aceite refinado.

40 Ejemplo 4: Desgomado por acidificación y aclarado con una combinación de aclarado del aceite blanqueado

La calidad del aceite crudo se muestra en la Tabla 1 del Ejemplo de ensayo 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 5 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % en peso), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, y a continuación, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera que contiene aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la siguiente etapa de refinado;
- 10 2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
3. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco, agitar a 110 °C durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
4. Aclarado: añadir agua desionizada, que se precalentó a 80 °C o superior, en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite blanqueado, agitar a 85 °C durante 10 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación;
- 15 5. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
6. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.
- 20

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Color R/Y	Índice de acidez, mg de KOH/g	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	1,11	18,1/11 (1")	6,48	0,69
Aceite refinado	0,23	2,1/20 (5")	0,08	0,31

Este ejemplo muestra que el desgomado por acidificación y aclarado junto con el aclarado y secado del aceite blanqueado puede controlar eficazmente la formación de 3-MCPD en la etapa de desodorización.

25 **Ejemplo 5: Refinado secundario (refinado múltiple)**

Se empleó el aceite crudo utilizado en el Ejemplo de ensayo 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 1200 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 30 1. Desgomado seco: mezclar el aceite con una solución de ácido cítrico (concentración del 50 %) en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, agitar durante 15 minutos a 90 °C al vacío, y a continuación, obtener la fase ligera por centrifugación;
2. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 35 3. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite, que se ha refinado una vez, por filtración;
- 40 4. Desgomado en seco: mezclar el aceite, que se ha refinado una vez, con solución de ácido cítrico (concentración del 50 %) en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, agitar durante 15 minutos a 90 °C al vacío, y a continuación, obtener la fase ligera por centrifugación;
5. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 0,5 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 45 6. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 220 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, y obtener el aceite, que ha sido refinado dos veces, por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado (una vez)	4,2	0,71
Aceite refinado (una vez)	3,94	2,0
Blanqueado (dos veces)	1,54	1,9
Aceite refinado (dos veces)	0,64	1,3

Ejemplo 6: Transesterificación

Se empleó el aceite crudo utilizado en el Ejemplo de ensayo 1.

- 5 Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). Se usaron una solución de NaOH con una concentración del 18 % en peso, y polvo de metóxido de sodio.

El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 700 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 10 1. Desgomado seco: mezclar el aceite con una solución de ácido cítrico (50 % en peso) en una cantidad del 0,01 % en peso del aceite, agitar durante 15 minutos a 90 °C al vacío, y a continuación, obtener la fase ligera por centrifugación;
- 15 2. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^{-4} \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina es igual a la cantidad de álcali/0,18, es decir, se añadieron 20,13 g de solución de NaOH. Como se usa en este documento, el M_{aceite} se refiere al peso del aceite y VA se refiere al valor ácido.
- 20 3. Eliminación del jabón: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
4. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
5. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 25 6. Transesterificación química: calentar el aceite blanqueado a 90 °C, añadir metóxido de sodio en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, hacer reaccionar durante 30 minutos al vacío, terminando la reacción con una solución de ácido cítrico con una concentración de 15 % en masa en una cantidad del 1,7 % en peso del aceite y a continuación, aclarar con agua caliente 3 veces o más hasta que se alcance un pH neutro, obteniendo la fase de aceite por centrifugación;
- 30 7. Secado: calentar la fase de aceite a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
8. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	4,29	0,69
Aceite refinado	1,15	1,8

35

Ejemplo 7: Desgomado por acidificación y aclarado + transesterificación

Se empleó el aceite crudo utilizado en el Ejemplo de ensayo 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). Se usaron una solución de NaOH con una concentración del 18 % en masa, y polvo de metóxido de sodio.

- 40 El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 700 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 5 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % de concentración en masa), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera, es decir, el aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la siguiente etapa de refinado;
- 10 2. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^{-4} \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina = la cantidad de álcali/0,18, es decir, se añadió 20,13 g de solución de NaOH;
- 15 3. Eliminación del jabón: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
4. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
5. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 20 6. Transesterificación química: calentar el aceite blanqueado a 90 °C, añadir metóxido de sodio en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, hacer reaccionar durante 30 minutos al vacío, terminando la reacción con una solución de ácido cítrico con una concentración de 15 % en masa en una cantidad del 1,7 % en peso del aceite y a continuación, aclarar con agua caliente 3 veces o más hasta que se alcance un pH neutro, obteniendo la fase de aceite por centrifugación;
7. Secado: calentar la fase de aceite a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
- 25 8. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	1,11	0,86
Aceite refinado	0,37	0,64

30 Ejemplo 8: Aclarado del aceite refinado

La calidad del aceite refinado se muestra en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Índice de acidez, mg de KOH/g	Índice de peróxido, mmol/kg	Color R/Y, 5"	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite de palma refinado	0,33	4,0	3,1/30	3,34

El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

- 35 Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 400 g de aceite de palma refinado de acuerdo con las siguientes etapas:

1. Aclarado: añadir agua desionizada (calentada previamente a 80 °C o superior) en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite blanqueado a 85 °C y a continuación agitar durante 10 minutos;
2. Aislamiento: centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos y obtener la fase ligera;
3. Secado: calentar a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío.

40 La calidad del producto se muestra en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Índice de acidez, mg de KOH/g	Índice de peróxido, mmol/kg	Color R/Y, 5"	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite de palma refinado (refinado)	0,32	3,8	3,3/30	2,93

Este ejemplo demuestra que aclarar el aceite refinado también puede controlar la cantidad de 3-MCPD en el aceite y la grasa.

Ejemplo 9: Desgomado por acidificación y aclarado + refinado alcalino + aclarado

La calidad del aceite crudo se muestra en la Tabla 1.

5 Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 800 g de aceite de palma crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 10 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % de concentración en masa), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera, es decir, el aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la siguiente etapa de refinado;
- 15 2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
- 3. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^{-4} \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina = la cantidad de álcali/0,18, es decir, se añadió 20,13 g de solución de NaOH;
- 20 4. Eliminación del jabón: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
- 5. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
- 6. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 95 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 25 7. Aclarado: añadir agua desionizada (calentada previamente a 80 °C o superior) en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite blanqueado a 85 °C y a continuación agitar durante 10 minutos, obtener la fase ligera por centrifugación;
- 8. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
- 30 9. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las muestras obtenidas en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de fósforo, ppm	Color R/Y	Índice de acidez, mg de KOH/g	Cantidad de 3-MCPD, ppm
Aceite blanqueado	0,83	9,6/12 (1")	0,23	0,69
Aceite refinado	0,44	1,3/10 (5")	0,12	0,21

35 La cantidad del 3-MCPD en el producto refinado final se podría controlar eficazmente por rondas de desgomado por acidificación y aclarado, refinado alcalino, utilizando arcilla activada con una acidez débil y el posterior aclarado.

Ejemplo 10: Desgomado seco + aclarado + blanqueamiento

Se utilizó el aceite crudo del Ejemplo de ensayo 1.

40 Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma refinado de acuerdo con las siguientes etapas:

- 45 1. Desgomado seco: mezclar el aceite con una solución de ácido cítrico (50 % de concentración en masa) en una cantidad del 0,01 % en peso del aceite, agitar durante 15 minutos a 90 °C al vacío, y a continuación, obtener la fase ligera por centrifugación;
- 2. Aclarado: agitar el aceite con agua desionizada (calentada previamente a 85 °C o superior) en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos;

3. Secado: mantener la agitación a 90 °C y al vacío durante 1 hora;
4. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 90 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración.

La muestra obtenida en cada etapa y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	cantidad de fósforo (ppm)	Cantidad de 3-MCPD (ppm)
Aceite aclarado	6,97	0,48
Aceite blanqueado	3,01	0,67

5

Este experimento demuestra que la cantidad de 3-MCPD en el aceite y la grasa después del blanqueamiento aumentará ligeramente.

Ejemplo 11: Blanqueamiento + blanqueamiento vs desodorización + aclarado + desodorización

El material de alimentación fue el material utilizado en el Ejemplo de ensayo 1.

- 10 Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 600 g de aceite de palma refinado de acuerdo con las siguientes etapas:

- 15 1. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite en el aceite crudo a 110 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
2. Aclarado: añadir agua desionizada (calentada previamente a 80 °C o superior) en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite crudo a 85 °C, agitar durante 10 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación;
3. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
- 20 4. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), manteniendo a 260 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

Las cualidades de ambos aceites se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Descripción	cantidad de fósforo (ppm)	Cantidad de 3-MCPD (ppm)
Aceite de palma refinado	Blanqueamiento + desodorización	6,81	2,3
Aceite de palma refinado	Blanqueamiento + aclarado + desodorización	5,96	2,1

25

Este ejemplo demuestra que la combinación de blanqueamiento + aclarado + desodorización podría disminuir la cantidad de 3-MCPD en el producto final en comparación con la combinación de blanqueamiento + desodorización.

Ejemplo 12: Aceite crudo → (aclarado) → desodorización

El material de alimentación utilizado fue el mismo que en el Ejemplo de ensayo 1.

- 30 1. Aclarado: añadir agua desionizada (calentada previamente a 80 °C o superior) en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite crudo a 85 °C, agitar durante 10 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación;
2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
- 35 3. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

(Las etapas 1 y 2 se pusieron en práctica en un solo experimento.)

Las muestras procesadas y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre	Descripción	Cantidad de 3-MCPD (ppm)
Aceite desodorizado	Desodorización directamente	5,0
Aceite desodorizado	Desodorización después de aclarar	3,9

Ejemplo 13: Aplicabilidad a otros aceites y grasas

Material: aceite de maíz que tiene la calidad que se muestra en la siguiente tabla.

Nombre	Valor ácido mg KOH/g	Color (1")	Cantidad de fósforo (ppm)	Cantidad de 3-MCPD (ppm)
Aceite de maíz crudo	4.8	7,7/70	450	<0,15

5

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes, se procesan 800 g de aceite de maíz crudo de acuerdo con las siguientes etapas:

- 10 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % de concentración en masa), en una cantidad del 0,5 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera, es decir, el aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera a la siguiente etapa de refinado;
- 15 2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
3. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^4 \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina = la cantidad de álcali/0,18, es decir, se añadió 20,13 g de solución de NaOH;
- 20 4. Eliminación del jabón: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
5. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
- 25 6. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 110 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
7. Aclarado: añadir agua desionizada (calentada previamente a 80 °C o superior) en una cantidad del 20 % en peso del aceite al aceite blanqueado a 85 °C y a continuación agitar durante 10 minutos, obteniendo la fase ligera por centrifugación;
- 30 8. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
9. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

(Las etapas 7 y 8 se pusieron en práctica en un solo experimento.)

35 Las muestras procesadas y sus cualidades se muestran en la siguiente tabla.

Nombre	Descripción	Cantidad de fósforo (ppm)	Cantidad de 3-MCPD (ppm)
Aceite de maíz blanqueado	Producto de la etapa 6	2,47	0,26
Aceite de maíz refinado	No sometido a las etapas 7 y 8	0,41	0,81
Aceite de maíz refinado	Sometido a las etapas 7 y 8	0,32	0,47

Ejemplo 14: Fraccionamiento por congelación después de la desodorización

La calidad del aceite crudo se muestra en la Tabla 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

- 5 Los procedimientos fueron los siguientes:
1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % de concentración en masa), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera, es decir, el aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la siguiente etapa de refinado;
 - 10 2. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^{-4} \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina = la cantidad de álcali/0,18;
 - 15 3. Aclarado: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
 4. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
 5. Blanqueamiento: añadir Taiko Supreme 1B en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 95 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado mediante filtración por succión, mientras el aceite procesado estaba caliente;
 - 20 6. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como un medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 3-20 mBara (300-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración;
 - 25 7. Cristalización por congelación: colocar el aceite refinado en un cristizador y cristalizar por congelación de acuerdo a lo siguiente:

Temperatura (°C)	Tiempo de enfriamiento (min)	Tiempo de temperatura constante (min)	Duración (min)
65	/	/	240
65	/	60	60
50	60	/	60
40	60	/	60
30	60		60
15	120	300	420
15	/	300	300

Tras completar la cristalización por congelación anterior, se obtienen aceite líquido y grasa sólida por filtración a presión a través de un filtro de placa y marco. La siguiente tabla muestra la calidad de los productos resultantes.

Nombre de la muestra	Índice de acidez (mg KOH/g de aceite)	Índice de yodo (IV) (I g/100 g de aceite)	Cantidad de 3-MCPD (mg/kg)
Aceite de palma refinado	0,1	N/D	0,8
Aceite líquido	0,15	59,59	1,15
Grasa sólida	0,12	43,37	0,58

- 30 La grasa sólida tiene una menor cantidad del 3-MCPD y por lo tanto proporciona una mayor seguridad.

Ejemplo 15: Fraccionamiento por congelación antes de blanquear

La calidad del aceite crudo se muestra en la Tabla 1.

Arcilla activada: Taiko Supreme 1B (pH = 6,23, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

Los procedimientos fueron los siguientes:

- 5 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % en peso), en una cantidad del 0,1 % en peso del aceite, y agua desionizada en una cantidad del 10 % en peso del aceite al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera que contiene aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera a la siguiente etapa de refinado;
- 10 2. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^{-4} \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina = la cantidad de álcali/0,18;
3. Aclarado: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
- 15 4. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
5. Cristalización por congelación: colocar el aceite neutralizado en un cristizador y cristalizar por congelación de acuerdo con lo siguiente:

Temperatura (°C)	Tiempo de enfriamiento (min)	Tiempo de temperatura constante (min)	Duración (min)
65	/	/	240
65	/	60	60
50	60	/	60
40	60	/	60
30	60		60
15	120	300	420
15	/	300	300

Tras completar la cristalización por congelación anterior, se obtienen aceite líquido y grasa sólida por filtración a presión a través de un filtro de placa y marco.

- 20 6. Blanqueamiento: añadir el 1 % en peso de Taiko Supreme 1B en el aceite líquida y la grasa sólida resultantes, respectivamente, agitar durante 30 minutos a 110 °C al vacío, obteniendo los aceites blanqueados mediante filtración por succión, mientras los aceites estaban calientes;
- 25 7. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en los aceites blanqueados a un grado de vacío de 1-20 mBara (100-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, para obtener los aceites refinados, por filtración;

Las cualidades de los productos resultantes se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Índice de acidez (mg KOH/g de aceite)	Índice de yodo (IV) (l g/100 g de aceite)	Cantidad de 3-MCPD (mg/kg)
Aceite líquido	0,08	59,11	0,81
Grasa sólida	0,06	43,44	0,43

- En general, el aceite de palma se separa en aceite líquido y grasa sólida para facilitar aplicaciones con requisitos diferentes. Durante el refinado del aceite de palma, la cristalización por congelación generalmente se realiza después de la etapa de desodorización, tal como se describe en el Ejemplo 14. Al comparar el Ejemplo 14 con el Ejemplo 15, nos damos cuenta de que, si la cristalización por congelación se realiza antes de la etapa de blanqueamiento y seguida por desodorización, el aceite líquido y la grasa sólida resultantes comprenderán menor cantidad de 3-MPCD y tienen un índice de acidez y un sabor favorables. El aceite de palma se produce principalmente fuera de China. Con este procedimiento, el aceite refinado y la grasa aún se podrían procesar mediante cristalización por congelación, blanqueamiento y desodorización incluso después de 30 días de transporte con el fin de adquirir excelentes cualidades de los productos en varios aspectos. Por lo tanto, el procedimiento anterior podría resolver el problema de la pobre calidad del aceite de palma refinado obtenido del procedimiento de refinado, como resultado del deterioro de su calidad durante el transporte de largo duración.

Ejemplo 16: Arcilla con una fuerte acidez como medio de blanqueamiento

Arcilla activada: Tonsil 215FF (pH = 4,35, activada por H₂SO₄). El agua pura se preparó usando una membrana de ósmosis inversa (O/I).

5 Los procedimientos fueron los siguientes, se trataron 600 g de aceite de palma crudo (su calidad se muestra en la Tabla 1) de acuerdo con las siguientes etapas:

- 10 1. Desgomado por acidificación y aclarado: añadir una solución de ácido cítrico (50 % de concentración en masa), en una cantidad del 0,5 % en peso del aceite, y agua desionizada, en una cantidad del 10 % en peso del aceite, al aceite, agitar a 80 °C durante 30 minutos, centrifugar a 4500 rpm durante 15 minutos, y recoger la fase ligera, es decir, el aceite; repetir esta etapa dos veces y proceder con la fase ligera resultante a la siguiente etapa de refinado;
- 15 2. Secado: calentar la fase ligera a 90 °C y a continuación agitar durante 30 minutos al vacío;
3. Refinado alcalino: añadir una solución alcalina y hacer reaccionar a 90 °C durante 30 minutos, y a continuación obtener la fase ligera por centrifugación, cantidad de álcali = $7,13 \times 10^{-4} \times M_{\text{aceite}} \times VA \times (1 + \text{cantidad en exceso de álcali})$, en la que la cantidad en exceso de álcali es del 20 %, la cantidad de la solución alcalina = la cantidad de álcali/0,18, es decir, se añadió 18,25 g de solución de NaOH;
4. Eliminación del jabón: agitar el aceite con agua desionizada en una cantidad del 20 % en peso del aceite a 90 °C durante 10 minutos, en el que el agua desionizada se tiene que calentar previamente a 85 °C;
- 20 5. Secado: agitar a 90 °C durante 1 hora al vacío;
6. Blanqueamiento: añadir Tonsil 215FF en una cantidad del 1 % en peso del aceite al aceite seco a 110 °C, agitar durante 30 minutos al vacío, obteniendo el aceite blanqueado por filtración;
- 25 7. Desodorización: introducir nitrógeno gaseoso (como medio de agitación y desodorización) en el aceite blanqueado a un grado de vacío de aproximadamente 10-20 mBara (1000-2000 Pa), mantener a 240 °C durante 1 hora y a continuación retirar la camisa de calentamiento, liberando el vacío a 50 °C o inferior y a continuación detener la introducción de nitrógeno gaseoso, obteniendo el aceite refinado por filtración.

La muestra procesada y su calidad se muestran en la siguiente tabla.

Nombre de la muestra	Cantidad de 3-MCPD (ppm)
Aceite de palma refinado	1,21

En comparación con los ejemplos anteriores, este ejemplo indica que el uso de arcilla con un pH casi neutro puede controlar la cantidad de 3-MCPD en el aceite refinado y la grasa con mayor eficacia.

- 30 Los ejemplos anteriores solo son formas de realización preferidas de la presente invención, y de ninguna manera limitan el alcance de los contenidos técnicos de fondo de la presente invención. Los contenidos técnicos de fondo de la presente invención se definen ampliamente en las reivindicaciones. Se hace notar que cualquier medio técnico o procedimiento realizado por cualquier otra parte, que pueda ser completamente idéntico o equivalente a los medios técnicos y el procedimiento definidos en las reivindicaciones adjuntas, se considerará dentro del alcance de las
- 35 reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de control de la cantidad de 3-cloro-1,2-propanodiol (3-MCPD) o ésteres de los mismos (3-MCPD FE) durante un procedimiento de refinado de aceite y grasa, dicho procedimiento de refinado de aceite y grasa que comprende una etapa de blanqueamiento (D), y una etapa de desodorización (G), en el que dicho procedimiento incluye:
- 5 una etapa (E) y una etapa (F) entre la etapa de blanqueamiento (D) y la etapa de desodorización (G), en la que la etapa (E) sirve para poner en contacto el aceite de la etapa de blanqueamiento con agua, que comprende (E1) mezclar con agua y/o (E2) transesterificar, y en el que la etapa (F) sirve para aislar la fase acuosa y secar la fase de aceite de la etapa (E).
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la cantidad de agua utilizada en la etapa (E1) es igual o superior al 0,5 % en peso del aceite blanqueado de la etapa (D).
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la transesterificación (E2) comprende calentar el aceite blanqueado de la etapa (D) de 90 a 120 °C y la adición de un catalizador en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado, preferentemente hacer reaccionar al vacío durante 15-60 minutos, terminar la reacción y a continuación aclarar hasta alcanzar un pH neutro;
- 15 el catalizador se selecciona del grupo que consiste en metóxido de sodio, una mezcla de NaOH y glicerina, o una mezcla de metal alcalino y glicerina; o la transesterificación (E2) comprende calentar el aceite blanqueado de la etapa (D) a 40-60 °C y la adición de una enzima de transesterificación en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado, preferentemente la reacción al vacío durante 30-120 minutos, y terminar la reacción.
- 20 4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se realiza una etapa de desgomado (A) antes de la etapa de blanqueamiento, y en el que la etapa de desgomado comprende mezclar el aceite crudo, el desgomado con el medio y el agua; y el medio de desgomado se selecciona del grupo que consiste en una solución de ácido cítrico, una solución de ácido fosfórico y degumasa; el medio de desgomado se utiliza en una cantidad no inferior al 0,05 % en peso del aceite crudo; el agua se utiliza en una cantidad no inferior al 0,5 % en peso del aceite crudo; el medio de desgomado comprende ácido a una concentración no inferior al 5 % en peso basado en el peso total de la solución del medio de desgomado;
- 25 preferentemente, la reacción se realiza a 50-80 °C, y pH 5-6 durante 2-4 horas.
5. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el procedimiento comprende una etapa de refinado alcalino (B) y una etapa de eliminación de jabón (C) entre la etapa de desgomado (A) y la etapa de desodorización (D), en el que la etapa de refinado alcalino (B) comprende la adición de una solución alcalina a la fase de aceite obtenida de la etapa (A) para neutralizar la fase de aceite obtenida de la etapa (A); la etapa de eliminación de jabón (C) comprende la adición de agua caliente a la fase de aceite obtenida de la etapa (B) para eliminar la pasta de neutralización; y en el que el procedimiento comprende además, antes de la etapa de blanqueamiento (D), la cristalización por congelación de la fase de aceite procedente de la etapa de eliminación de jabón (C).
- 30 6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la etapa de blanqueamiento (D) comprende:
- (i) calentar la fase de aceite de la etapa (C) a 80-90 °C al vacío;
- (ii) añadir un medio de blanqueamiento;
- 35 (iii) calentar adicionalmente de 100 a 110 °C y agitar al vacío durante al menos 10 minutos; y
- (iv) eliminar el medio de blanqueamiento por filtración, en el que el medio de blanqueamiento se selecciona del grupo que consiste en arcilla natural, arcilla activada, carbón activado y arcilla atapulgita.
7. Un procedimiento para controlar la formación de 3-MCPD o 3-MCPD FE durante la desodorización de aceite y grasa, que comprende una etapa (E) y una etapa (F) antes de la etapa de desodorización; la etapa (E) sirve para poner en contacto el aceite refinado blanqueado con agua, que comprende una etapa (E1) de mezcla con agua y/o una etapa de transesterificación (E2), y la etapa (F) sirve para aislar la fase acuosa y secar la fase de aceite resultante, en el que el fósforo del aceite blanqueado y la grasa es inferior a 5 ppm, preferentemente inferior a 3 ppm, y mejor inferior a 1 ppm.
- 45 8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la transesterificación (E2) comprende calentar el aceite refinado blanqueado a 90-120 °C y añadir un catalizador en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado, preferentemente la reacción al vacío durante 30 minutos, terminar la reacción y a continuación aclarar hasta alcanzar un pH neutro;
- 50 el catalizador se selecciona del grupo que consiste en metóxido de sodio, una mezcla de NaOH y glicerina, o una mezcla de metal alcalino y glicerina; o la transesterificación (E2) comprende calentar el aceite refinado blanqueado a 40-60 °C y añadir una enzima de transesterificación en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado, preferentemente la reacción al vacío durante 30 minutos, y terminar la reacción.
- 55

9. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-5 y 7, en el que el procedimiento comprende además, después de la etapa de desodorización, la cristalización por congelación del aceite de la etapa de desodorización.

10. Un procedimiento para refinar aceite y grasa, que comprende las siguientes etapas:

- 5 (A) desgomado;
(D) blanqueamiento de la fase de aceite de la etapa (A);
(E) poner en contacto el aceite blanqueado de la etapa (D) con agua, que comprende:

- (E1) mezclar con agua; y/o
(E2) transesterificación;

- 10 (F) aislamiento de la fase de agua, secado de la fase de aceite de la etapa (E); y
(G) desodorizar la fase de aceite de la etapa (F),

en el que el procedimiento comprende además, entre la etapa (A) y la etapa (D), una etapa de refinado alcalino (B) de adición de una solución alcalina para neutralizar la fase de aceite de la etapa (A);

- 15 una etapa de eliminación de jabón (C) de adición de agua caliente a la fase de aceite de la etapa (B) para eliminar los residuos de jabón, y
una etapa de aislamiento y secado (C-1) de eliminación de la fase de agua y secado de la fase de aceite de la etapa (C).

- 20 11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la transesterificación (E2) comprende calentar el aceite blanqueado de la etapa (D) de 90 a 120 °C y añadir un catalizador en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado, preferentemente hacer reaccionar al vacío durante 30 minutos, terminar la reacción y a continuación aclarar hasta alcanzar un pH neutro;

el catalizador se selecciona del grupo que consiste en metóxido de sodio, una mezcla de NaOH y glicerina, o una mezcla de metal alcalino y glicerina; o

- 25 la transesterificación (E2) comprende calentar el aceite blanqueado de la etapa (D) a 40-60 °C y la adición de una enzima de transesterificación en una cantidad del 0,1 al 2 % en peso del aceite blanqueado, preferentemente la reacción al vacío durante 30 minutos, y terminar la reacción.

- 30 12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la etapa de desgomado comprende mezclar el aceite crudo, el desgomado con el medio y el agua; el medio de desgomado se selecciona del grupo que consiste en una solución de ácido cítrico, una solución de ácido fosfórico y degumasa; el medio de desgomado se utiliza en una cantidad no inferior al 0,05 % en peso del aceite crudo; el agua se utiliza en una cantidad no inferior al 0,5 % en peso del aceite crudo; el medio de desgomado comprende ácido a una concentración no inferior al 5 % en peso basado en el peso total de la solución del medio de desgomado; preferentemente, la reacción se realiza a 50-80 °C, y pH 5-6 durante 2-4 horas.

- 35 13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la etapa de blanqueamiento (D) comprende:

- (i) calentar la fase de aceite de la etapa (C-1) a 80-90 °C al vacío;
(ii) añadir un medio de blanqueamiento;
(iii) calentar adicionalmente hasta 100-110 °C y agitar al vacío durante al menos 10 minutos; y
(iv) eliminar el medio de blanqueamiento por filtración.