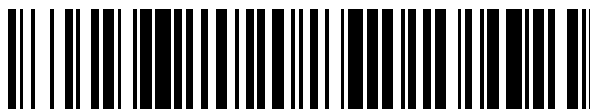


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 618 069**

51 Int. Cl.:

C11B 3/10 (2006.01)

A23D 9/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2010** **E 10250435 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.12.2016** **EP 2366766**

54 Título: **Método para tratar un aceite comestible y el aceite obtenido de esta manera**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
20.06.2017

73 Titular/es:

STEPAN SPECIALTY PRODUCTS, LLC (100.0%)
1209 Orange Street
Wilmington, DE , US

72 Inventor/es:

BOWER, SIETZE y
VAN DER WAAL, PATRICK

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 618 069 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

Método para tratar un aceite comestible y el aceite obtenido de esta manera

- 5 La presente invención se refiere a un método para tratar un aceite comestible. En particular, la invención se refiere a la eliminación de materiales no deseados o indeseables de un aceite que es para el consumo oral.

10 Los aceites comestibles que contienen ácidos grasos poliinsaturados (PUFA), usualmente en la forma de ésteres de glicéridos, han mostrado tener efectos beneficiosos para la salud. Estos efectos para la salud incluyen la reducción de los niveles de colesterol, la protección contra la cardiopatía coronaria y la supresión de la agregación plaquetaria. Por ejemplo, aceite de pescado, que contiene los ácidos grasos omega-3 y omega-6, ácido docohexanoico (DHA) y ácido eicosapentanoico (EPA), se ha utilizado en productos alimentarios y en productos nutritivos por sus beneficios para la salud. Los aceites de pescado se describen en documentos tales como US 2006/0134178 y US 2009/0202679.

15 DHA está también disponible como un aceite microbiano, como se describe en los documentos US 2009/0099260 y US 2008/0107791, por ejemplo.

20 El ácido linoleico conjugado (CLA) es otro ejemplo de un PUFA y es un ácido graso dienoico conjugado que tiene 18 átomos de carbono. Como resultado de la presencia de dos dobles enlaces en CLA, es posible el isomerismo geométrico y la molécula o resto de CLA puede existir en numerosas formas isoméricas. Los isómeros cis9, trans11 ("c9t11") y trans10, cis12 ("t10c12") de CLA son generalmente los más abundantes y se han identificado efectos farmacológicos beneficiosos de cada uno de estos isómeros.

25 Un problema de los PUFA es que tienen una tendencia a experimentar oxidación y como resultado pueden tener un sabor y/o un olor desagradables. El sabor y/o el olor pueden deberse a la formación de aldehídos. Los aldehídos se clasifican algunas veces como "volátiles" o "no volátiles". Los aldehídos volátiles pueden eliminarse mediante procesos normalizados tales como la desodorización. Sin embargo, los aldehídos no volátiles tienen puntos de ebullición relativamente altos y son mucho más difíciles de eliminar. Son estos aldehídos no volátiles los que pueden producir problemas persistentes en un aceite, que se reflejan usualmente en un valor de anisidina relativamente alto. El valor de anisidina (AV) de un aceite es una medición normalizada que se usa para evaluar el contenido de productos de oxidación secundaria, tales como aldehídos.

35 El documento US 2006/0110521 se refiere a composiciones oleosas que tienen una elevada concentración de PUFA. El documento describe como el AV del aceite puede reducirse poniendo en contacto el aceite con una amina sobre un soporte, tal como una resina funcionalizada con amino.

40 El documento WO 2007/075632 divulga el tratamiento del aceite con una sustancia activa capaz de reducir el AV del aceite. La sustancia activa, en un ejemplo, puede ser un aminoácido tal como lisina. El material activo puede utilizarse como tal, por ejemplo, como un líquido, o puede unirse a, incluido en, o dispersarse sobre un soporte sólido. Los procesos que se describen implican pretratar el soporte con el material activo antes de ponerlo en contacto con el aceite.

45 Sorprendentemente, los inventores han encontrado ahora un proceso para eliminar aldehídos de aceites comestibles que es más eficiente y/o más eficaz que los procesos conocidos descritos anteriormente. Se ha descubierto que el uso de un aminoácido no soportado y por separado de un agente de adsorción tiene inesperadas ventajas.

50 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un método para tratar un aceite comestible para eliminar aldehídos, que comprende poner en contacto el aceite con un aminoácido y un agente de adsorción, en el que el aminoácido y el agente de adsorción se ponen en contacto con el aceite por separado o como una mezcla.

En otro aspecto, la invención proporciona el uso de un aminoácido y un agente de adsorción, por separado o como una mezcla, para eliminar los aldehídos contaminantes de un aceite comestible.

55 La invención también proporciona, en otro aspecto, un aceite comestible que comprende uno o más glicéridos, que tiene del 37 al 60 % de EPA y DHA en peso de los restos de ácidos grasos presentes en los glicéridos, una relación de EPA a DHA mayor de 1 y un valor Totox de menos de 15.

60 Un aspecto adicional de la invención es un aceite comestible que comprende un ácido linoleico conjugado (CLA) en la forma de uno o más glicéridos, que tienen un contenido de ácido linoleico conjugado de al menos el 50 % en peso de los restos de ácidos grasos presentes en los glicéridos y un valor Totox de menos de 2.

65 En la invención, el aceite se pone en contacto con un aminoácido y un agente de adsorción. Juntos, estos dos materiales actúan para reducir el nivel de aldehídos en el aceite y por tanto su valor de anisidina (AV). Sin pretender quedar vinculado por teoría alguna, se cree que el aminoácido reacciona con los aldehídos para formar un compuesto que se elimina posteriormente por el agente de adsorción.

El aminoácido y el agente de adsorción se ponen en contacto con el aceite por separado o como una mezcla. Por esto se entiende que el aminoácido y el agente de adsorción bien se ponen en contacto con el aceite en etapas separadas (por ejemplo, mediante la adición de uno al aceite seguido por la adición del otro) o bien en una etapa como una mezcla (por ejemplo, añadiendo una mezcla de aminoácido y agentes absorbente al aceite). El término

5 mezcla se usa en su sentido normal de una combinación de partículas o fases discretas de cada material diferente que son físicamente separables, por ejemplo, sin la necesidad de fracturar las partículas o fases. Así, el aminoácido y el agente de adsorción no se tratan previamente entre sí de tal manera que se unan física o químicamente. Por ejemplo, el agente de adsorción no se trata previamente con el aminoácido de tal manera que el aminoácido esté soportado o revestido sobre el agente de adsorción. La mezcla es preferentemente un polvo que comprende

10 partículas discretas de aminoácido y partículas discretas de agente de adsorción o una suspensión de un agente sólido adsorbente en una fase líquida que comprende el aminoácido (tal como en la forma de una solución acuosa).

La invención tiene las ventajas de que puede ser posible usar una cantidad más pequeña de aminoácido y/o agente de adsorción en comparación con los procesos de la técnica anterior. De manera adicional o alternativa, una

15 cantidad dada de aminoácido y/o agente de adsorción puede proporcionar un mayor grado de eliminación de aldehídos, como se determina por AV. Asimismo, la invención tiene la ventaja de que no se requiere etapa de pretratamiento o revestimiento, simplificando de esta manera el proceso global.

Preferentemente, el aceite es para el consumo oral. Normalmente, el aceite será para el consumo de un ser

20 humano.

El aceite puede ser cualquier aceite que sea comestible y contenga aldehídos contaminantes.

El aceite contiene preferentemente glicéridos y contendrá generalmente diglicéridos y triglicéridos como los

25 componentes principales, normalmente en una cantidad combinada de al menos 50 % en peso del aceite, tal como al menos 75 %, al menos 85 % o al menos 95 % en peso del aceite. El aceite puede comprender monoglicéridos y ácidos carboxílicos libres, normalmente en una cantidad total de menos de 5 % en peso del aceite.

Los glicéridos son preferentemente de forma predominante glicéridos que contienen restos de ácidos grasos. El

30 término "ácidos grasos" como se usa en el presente documento incluye ácidos carboxílicos de cadena lineal, saturados e insaturados que tienen de 12 a 24 átomos de carbono y, opcionalmente, uno, dos, tres o más dobles enlaces carbono-carbono insaturados. Normalmente, los ácidos grasos constituirán al menos un 75 % en peso de los ácidos carboxílicos presentes en los glicéridos, más preferentemente al menos un 90 % en peso.

Preferentemente, el aceite contiene glicéridos de ácidos grasos poliinsaturados, normalmente en una cantidad de al menos 10 % en peso basándose en el peso de los restos de ácidos grasos totales presentes, más preferentemente

35 al menos un 20 %, tal como al menos 30 % o al menos 40 % en peso.

Preferentemente, el aceite comprende EPA y DHA en una cantidad combinada de al menos 5 % en peso basándose en el peso de los restos de ácidos grasos totales presentes, más preferentemente al menos un 15 %, tal como al

40 menos 25 % o al menos 35 % en peso. La relación de EPA:DHA es preferentemente mayor de 1.

Preferentemente, el aceite es un aceite natural, por ejemplo, un aceite que es un aceite animal o un aceite vegetal. De manera más preferida, el aceite es un aceite marino, incluso más preferentemente aceite de pescado. El aceite

45 de pescado es un aceite particularmente preferido de la invención.

Un aceite alternativo (o adicional) comprende uno o más glicéridos de ácido linoleico conjugado (CLA). El CLA puede comprender un isómero o una mezcla de dos o más isómeros diferentes incluyendo: isómeros cis, cis; cis, trans; trans, cis; y trans, trans. Los isómeros preferidos son los trans 10, cis12 y cis9, isómeros trans 11

50 (denominados también en el presente documento como t10c12 y c9t11, respectivamente), incluyendo estos isómeros en forma relativamente pura, así como las mezclas entre sí y/o las mezclas con otros isómeros. Más preferentemente, el ácido linoleico conjugado puede comprender isómeros trans 10, cis12 y cis9, isómeros trans 11 y la relación en peso de trans 10, isómero cis 12 a isómero cis 9, el isómero trans 11 o viceversa puede ser al menos 1,2:1, tal como 1.3:1, incluso de forma más preferente al menos 1,5:1, por ejemplo, en el intervalo 1,5:1 a 100:1 o

55 1,5:1 a 10:1, tal como una mezcla 60:40 u 80:20 de los isómeros trans10, cis12 :cis9, trans11. Los isómeros trans10, cis 12 y/o el cis9, trans 11 pueden ser el componente isomérico principal, es decir, presente en una cantidad de al menos 55 %, preferentemente al menos un 60 %, más preferentemente al menos un 70 %, incluso de forma más preferente al menos 75 %, lo más preferente al menos 80 %, tal como al menos 90 % o incluso 100 % en peso basándose en la cantidad total de ácido linoleico conjugado. Por ejemplo, el CLA puede comprender los isómeros

60 c9t11 y t10c12 y la relación en peso de los isómeros c9t11 a t10c12 puede ser de 99:1 a 1 a 99, preferentemente de 90:10 a 10:90 lo más preferente de 80:20 a 20:80. CLA puede producirse de maneras convencionales. Por ejemplo, CLA puede producirse mediante métodos conocidos, tales como los descritos en el documento EP-A-902082, cuyo contenido se ha incorporado por referencia en el presente documento. En el documento WO 97/18320 se divulgan los productos de CLA que están enriquecidos en uno o más isómeros, cuyo contenido también se ha incorporado

65 por referencia en el presente documento.

El aceite contiene también aldehídos. Estos estarán presentes normalmente a bajos niveles, normalmente menos de 2 % o menos de 1 % en peso del aceite. Los aldehídos son normalmente aldehídos que tienen grupos alquilo o alqueno C12 a C24 (en el que los grupos alqueno pueden tener uno o más dobles enlace carbono-carbono).

5 En el proceso de la invención, el valor de anisidina (AV) del aceite está disminuido en comparación con el aceite no tratado. Preferentemente, el AV está disminuido en al menos un 50 % en comparación con el AV del aceite antes del tratamiento. El valor de la anisidina puede determinarse de acuerdo con la AOCS, Cd 18-90, Valor de la p-anisidina, 1997.

10 El proceso de la invención puede disminuir también el valor del peróxido (PV). El PV puede determinarse de acuerdo con la AOCS, Cd 8b-90; Valor del peróxido; 1997.

El aminoácido que se usa en la presente invención puede ser un único aminoácido o una mezcla de dos o más aminoácidos. Preferentemente, el aminoácido se usa en una cantidad de entre 0,05 a 1,0 % en peso, basándose en el peso del aceite. Se ha descubierto que estos niveles de aminoácido proporcionan una eliminación eficaz de los aldehídos como se ha determinado por la disminución del AV.

Los aminoácidos preferidos son los aminoácidos que se producen naturalmente. Los aminoácidos se usarán normalmente con una pureza de calidad alimentaria. Los aminoácidos más preferidos son lisina, cisteína, arginina o sus mezclas, siendo lisina el aminoácido más preferido. Los aminoácidos están preferentemente en la forma de aminoácidos libres, pero pueden estar alternativamente en la forma de péptidos que tienen grupos aminos libre (por ejemplo, hidrolizados de proteína). Se pueden usar también mezclas de aminoácidos y péptidos libres.

El aminoácido se puede usar en la invención en la forma de un sólido, tal como un polvo, o un líquido, tal como una solución acuosa, suspensión o emulsión.

El agente de adsorción que se usa en la presente invención puede ser un único agente de adsorción o una mezcla de dos o más agentes adsorbentes. El agente de adsorción se usa preferentemente en una cantidad de entre 1 a 5 % en peso, basándose en el peso del aceite.

Los agentes adsorbentes adecuados incluyen sílice, tierras decolorantes, arcillas, o una mezcla de dos o más de estos. Preferentemente, el agente de adsorción es sílice.

El método de la invención implica poner en contacto el aceite con el aminoácido y el agente de adsorción. Preferentemente, el aminoácido y el agente de adsorción se añaden al aceite. Más preferentemente, el aminoácido y el agente de adsorción se añaden por separado al aceite. Por ejemplo, el aminoácido puede añadirse al aceite en primer lugar, seguido por la adición del agente de adsorción.

En un método alternativo de la invención, el aminoácido y el agente de adsorción se mezclan y la mezcla resultante se añade al aceite.

En el método de la invención, el aminoácido y el agente de adsorción se añaden preferentemente al aceite a una temperatura en el intervalo de entre 20 a 90 °C, más preferentemente entre 50 a 80 °C.

El método de la invención comprende preferentemente las etapas de:

- (a) añadir un aminoácido a un aceite; y
- (b) añadir un agente de adsorción a la mezcla de aminoácido y aceite formada en (a).

Preferentemente, después de (a), la mezcla de aminoácido y aceite se deja de 1 a 60 minutos (más preferentemente de 5 a 40 minutos) antes de (b), opcionalmente con agitación.

Normalmente, la mezcla que se forma después de (b) se deja de 1 a 60 minutos (más preferentemente de 5 a 40 minutos).

Tras la etapa (b), la mezcla se seca preferentemente y se filtra. El secado se lleva a cabo preferentemente a presión reducida, más preferentemente a menos de 250 mbar (25 kPa), lo más preferentemente a una temperatura sustancialmente constante tal como en el intervalo de 50 a 80 °C. La filtración se lleva a cabo preferentemente usando un filtro que tiene un tamaño de poro de menos de 5 µm.

Adicional o alternativamente hasta el secado tras la etapa (b), la mezcla se puede secar después de la etapa (a). El secado se lleva a cabo preferentemente a presión reducida, más preferentemente a menos de 250 mbar (25 kPa), lo más preferente, a una temperatura sustancialmente constante, tal como en el intervalo de 50 a 80 °C.

Así, un método más preferido de la invención comprende:

- (a) añadir un aminoácido a un aceite (preferentemente a una temperatura en el intervalo de entre 50 a 80 °C);
- (b) añadir un agente de adsorción a la mezcla de aminoácido y aceite formada en (a); y
- (c) secar y filtrar la mezcla formada en (b).

5 Otro método preferido de la invención comprende:

- (a) añadir un aminoácido a un aceite de pescado o a un glicérido que comprende CLA (es decir, unido en el glicérido), en el que el aminoácido se utiliza en una cantidad del 0,05 al 1,0 % en peso, basándose en el peso del aceite;
- 10 (b) añadir un agente de adsorción a la mezcla de aminoácido y aceite formada en (a); y
- (c) secar la mezcla formada en (b).

El método de la invención puede formar parte de un proceso global para la purificación de un aceite de pescado, que comprende:

- 15 - proporcionar aceite de pescado bruto;
- neutralizar el aceite de pescado bruto para eliminar alguno de los tres ácidos grasos libres presentes;
- tratar el aceite con una tierra decolorante; y
- 20 - desodorizar el aceite blanqueado,

en el que el método de la invención se lleva a cabo antes o después de la etapa de tratar el aceite con la tierra decolorante.

25 Las técnicas para neutralizar el aceite de pescado, el tratamiento del aceite de pescado con una tierra decolorante y la desodorización del aceite de pescado son bien conocidas de los expertos en la materia.

La invención permite de forma sorprendente la formación de aceites que tienen un bajo valor Totox. El valor Totox es bien conocido en la materia ya que es una manera de definir la oxidación total de un aceite y se define como Totox =

30 $(2 \times PV) + AV$.
Así, el aceite comestible puede comprender ácido linoleico conjugado (CLA) en la forma de uno o más glicéridos (es decir, monoglicéridos, diglicéridos y/o triglicéridos), que tienen un contenido de ácido linoleico conjugado (CLA) (es decir, CLA unido en los glicéridos) de al menos un 50 % en peso sobre los restos de ácidos grasos presentes en los glicéridos y un valor Totox de menos de 2. Preferentemente, el contenido de CLA es al menos del 70 %, más preferentemente al menos un 75 %, basándose en el peso de los restos de ácidos grasos presentes en los glicéridos. Preferentemente, el valor Totox es menor de 1,8 o menor de 1,6 o menor de 1,4 o menor de 1,2 o menor de 1,1. Por ejemplo, el aceite puede tener un contenido de CLA de al menos 75 % y un Totox de menos de 1,2 o menos de 1,1.

40 En otro aspecto, el aceite comestible es un aceite comestible que comprende uno o más glicéridos (es decir, monoglicéridos, diglicéridos y/o triglicéridos), que tiene de 37 a 60 % (preferentemente más de 38 % hasta el 60 %) de EPA y DHA en peso de los restos de ácidos grasos presentes en los glicéridos, una relación de EPA a DHA de más de 1 (preferentemente más de 1,1) y un valor Totox de menos de 15. Normalmente, la composición será un aceite de pescado. Sorprendentemente, se ha encontrado que es posible obtener un valor Totox de menos de 14, tal como de menos de 13 o menos de 12, por ejemplo, de menos de 11. Por ejemplo, el aceite comestible puede comprender uno o más glicéridos (es decir, monoglicéridos, diglicéridos y/o triglicéridos), que tienen más de 38 % hasta 60 % de EPA y DHA total en peso de los restos de ácidos grasos presentes en los glicéridos, una relación de EPA a DHA mayor de 1,1 y un valor Totox de menos de 15.

50 Los aceites comestibles producidos en el proceso de la invención pueden usarse en un producto alimentario, un suplemento alimentario o un producto farmacéutico. Por lo tanto, la invención contempla también un producto alimentario, un suplemento alimentario o un producto farmacéutico que comprende un aceite comestible de la invención. Los suplementos alimenticios o productos farmacéuticos pueden estar en la forma de cápsulas u otras formas, adecuadas para la aplicación entérica o parenteral.

55 Los suplementos alimenticios (cuyo término incluye suplementos nutritivos) son particularmente preferidos. Los ejemplos de suplementos alimenticios incluyen productos en la forma de un gel suave o una cápsula dura que comprende preferentemente un material encapsulante seleccionado entre el grupo que consiste en gelatina, almidón, almidón modificado, derivados de almidón tales como glucosa, sacarosa, lactosa y fructosa. El material encapsulante puede contener opcionalmente agentes de reticulación o polimerización, estabilizantes, antioxidantes, agentes absorbentes de la luz para la protección de rellenos sensibles a la luz, conservantes y similares. Preferentemente, la dosificación unitaria del ácido graso conjugado en los suplementos alimenticios es de 1 mg a 1000 mg (más preferentemente de 100 mg a 750 mg).

65 Los productos alimentarios comprenden opcionalmente el aceite comestible como una mezcla con una grasa complementaria. La mezcla puede comprender 0,3 - 95 % en peso, preferentemente 2-80 % en peso, lo más

preferente 5-40 % en peso del aceite comestible de la invención y 99,7 - 5 % en peso, preferentemente 98-20 % en peso, lo más preferentemente 95-60 % en peso de una grasa complementaria seleccionada preferentemente entre manteca de cacao, equivalentes de manteca de cacao, aceite de palma o sus fracciones, aceite de almendra de palma o sus fracciones, mezclas interesterificadas de dichas grasas o sus fracciones, o aceites líquidos, seleccionados entre aceite de girasol, aceite de girasol alto oleico, aceite de soja, aceite de semillas de colza, aceite de semillas de algodón, aceite de pescado, aceite de cártamo, aceite de cártamo alto oleico, aceite de maíz y aceites MCT.

Los productos alimentarios (cuyo término incluye la alimentación animal), pueden contener una fase grasa, en la que la fase grasa contiene un aceite comestible de la invención. Los ejemplos de productos alimentarios adecuados incluyen aquellos seleccionados entre el grupo consistente en margarinas, pulverizaciones continuas en grasa o pulverizaciones continuas en agua o pulverizaciones bicontinuas, pulverizaciones reducidas de grasa, productos de confitería tales como chocolate o coberturas de chocolate o rellenos de chocolate o rellenos de pastelería, helados, coberturas de helados, inclusiones de helados, aderezos, mayonesas, quesos, cremas, alternativas a cremas, sopas deshidratadas, salsas, bebidas, barritas de cereales, salsas, barritas de aperitivos, productos lácteos, productos de pastelería, productos de nutrición clínica y alimentos infantiles o formulaciones infantiles.

Los productos farmacéuticos incluyen composiciones farmacéuticas, tal como en forma de comprimidos, píldoras, cápsulas, comprimidos ovalados, multiparticulados incluyendo: gránulos, perlas, aglomerados y partículas microencapsuladas; polvos, elixires, jarabes, suspensiones y soluciones. Las composiciones farmacéuticas comprenderán un diluyente o transportador farmacéuticamente aceptable. Las composiciones farmacéuticas se adaptan preferentemente para la administración parenteral (por ejemplo, por vía oral). Las composiciones oralmente administrables pueden estar en forma sólida o líquida y pueden tomar la forma de comprimidos, polvos, suspensiones y jarabes. Opcionalmente, las composiciones comprenden uno o más agentes aromatizantes y/o colorantes. Los transportadores farmacéuticamente aceptables adecuados para el uso en dichas composiciones son bien conocidos en la técnica farmacéutica. Las composiciones se preparan generalmente en una forma farmacéutica unitaria. Preferentemente, la dosificación unitaria es de 1 mg a 1000 mg (más preferentemente de 100 a 750 mg). Los excipientes utilizados en la preparación de estas composiciones pueden incluir excipientes conocidos en la técnica.

Se describirá ahora la invención con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes. En los ejemplos y a lo largo de esta memoria descriptiva, todos los porcentajes, partes y relaciones so en peso a no ser que se indique otra cosa.

Ejemplos

En los ejemplos, el valor de la anisidina (AV) se determina de acuerdo con la AOCS, Cd 18-90, Valor de la p-anisidina, 1997. Se determinó el valor del peróxido (PV) de acuerdo con la AOCS; Cd 8b-90; Valor del peróxido; 1997

EJEMPLO 1

Tratamiento del aceite mediante la adición separada de sílice y lisina

En este ejemplo, se investigó el efecto de la adición separada de caldo de lisina (de calidad alimentaria y que contiene L-lisina al 50 %) (de Ajinomoto) y sílice Trysil (de Grace) sobre la reducción del AV de aceite de pescado sin refinar que tiene un AV de 22,6.

Se calentaron 100 g de aceite hasta 70 °C y se mezclaron con caldo de lisina. Transcurridos 20 minutos, se añadió Trysil y se mezcló también. Transcurridos de nuevo 20 minutos, se secó la mezcla durante 30 minutos a presión reducida (aproximadamente 100 mbar; 10 kPa). Al final, se tomó una muestra y se filtró a través de un filtro Millipore de 1 µm. La muestra se analizó para determinar AV y PV. Los resultados se presentan en la Tabla 1.

TABLA 1

Lisina* (%)	Trysil (%)	AV			PV
		Valor de anisidina inicial	Valor de anisidina final	Δ Valor de anisidina	Valor de peróxido final
0,1	1,4	22,6	7,3	15,3	1,7
0,2	2,8	22,6	4,7	17,9	5,1

*añadido como caldo, cantidad calculada basada en lisina pura

EJEMPLO 2 (comparativo)Preparación de sílice prerrevestida con lisina

- 5 En este experimento, se revistió caldo de lisina sobre sílice. Se añadieron 14,25 g de caldo de lisina a 110 ml de agua desmineralizada. A esta solución, se añadieron 100 g de Trysil y se agitaron a 40 °C. se eliminó el agua después de 15 minutos a 70 °C y presión reducida.

- 10 El Trysil utilizado contiene aproximadamente 50 % de agua. Tras el secado completo, el caldo de lisina prerrevestido sobre sílice contiene 13 % de lisina.

EJEMPLO 3 (comparativo)Tratamiento de aceite usando sílice prerrevestida con lisina

- 15 Se utilizó lisina prerrevestida (producida de acuerdo con el Ejemplo 2) para la reducción de AV del aceite de pescado sin refinar que tiene un AV de 22,6.

- 20 Se calentaron 100 g de aceite a 70 °C y a continuación se mezclaron durante 30 minutos con lisina prerrevestida. Transcurridos 30 minutos, se tomó una muestra y se filtró a través de un filtro Millipore de 1 µm. La muestra se analizó para determinar AV y PV. Los resultados se presentan en la Tabla 2.

TABLA 2

Lisina (%)*	Valor de anisidina inicial	Valor de anisidina final	Δ Valor de anisidina	Valor de peróxido final
0,1	22,6	15,9	6,7	4,3
0,2	22,6	9,9	12,7	2,6
*añadido como caldo, cantidad calculada basada en lisina pura				

EJEMPLO 4 (comparativo)Tratamiento de aceite con lisina

- 25 En este experimento se utilizó caldo de lisina líquida para reducir el AV de un aceite de pescado sin refinar.

- 30 100 g de aceite se calentaron a 70 °C y se mezclaron con 0,4 g de caldo de lisina. Después de 30 minutos se tomó una muestra y se separó la fase oleosa mediante centrifuga (4500 rpm durante 5 minutos). La fase oleosa se filtró a través de un filtro Millipore de 1 µm. La muestra se analizó para determinar AV y PV. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

- 35 El aceite que procede de este experimento era mucho más oscuro que el del experimento comparable con la sílice Trysil (Ejemplo 1).

TABLA 3

Lisina (%)*	Valor de anisidina final	Δ Valor de anisidina	Valor de peróxido final
0,2	11,9	10,7	4,7
*añadido como caldo, cantidad calculada basada en lisina pura			

EJEMPLO 5Tratamiento de aceite de pescado refinado

- 45 2 kg de aceite de pescado refinado (neutralizado, decolorado y desodorizado) se calentaron a 70 °C bajo atmósfera de N₂. A continuación, el aceite se trató de acuerdo con a o b siguientes:

- 50 a. se añadió caldo de lisina al 0,2 % (Ajinomoto) y se mezcló a 100 rpm. Este suministra lisina al 0,1 %. Después de 20 minutos, la mezcla se secó durante 10 minutos a presión reducida (100 mbar, 10 kPa). A continuación se añadieron Trysil al 1,4 % y un adyuvante de filtración Hiflow al 0,5 % y se mezclaron también durante 20 minutos a 100 rpm. La mezcla se secó de nuevo durante 30 minutos a presión reducida (100 mbar; 10 kPa). Finalmente, se filtró la mezcla.

b. Sin tratamiento.

Después de los tratamientos, se aumentó la temperatura a 80 °C y se decoloraron las muestras con la tierra decolorante Tonsil 215FF al 1 % y un adyuvante de filtración Hiflow al 0,5 % durante 30 minutos a presión atmosférica y durante 15 minutos a 100 mbar (10 kPa) (100 rpm). Tras decolorar, las muestras se filtraron y se desodorizaron durante 2 horas a 195°C. Las muestras se analizaron para determinar AV. Los resultados se presentan en la Tabla 4.

TABLA 4

	Aceite refinado de pescado inicial	Tratamiento después del aceite de pescado	
		a: caldo de lisina + Trysil	b: ninguno
AV	9,1	4,6	6,7

EJEMPLO 6Ensayo de sabor de aceite tratado

Se utilizó un panel de degustación de sabores entrenado para degustar los productos producidos en el Ejemplo 5 en leche.

Se mezclaron 4 gramos de aceite en 196 gramos de leche desnatada a 50 °C y se agitaron usando un Ultraturrax durante aproximadamente 2 minutos. Después de 2 minutos, la mezcla se homogeneizó con un homogeneizador de dos etapas (Niro Soavi, tipo NS1 001 L2K) a 200/50 bar (20 MPa/5 MPa).

se mezclaron 40 gramos de esta emulsión con 160 gramos de leche desnatada (10-15 °C) aproximadamente 30 minutos antes de la degustación. el panel entrenado evaluó las muestras de leche con las emulsiones en una escala JAR (escala casi perfecta; Just About Right, por sus siglas en inglés) sobre algunos atributos. La escala va de 0 a 100; 50 indica que la muestra ensayada es completamente correcta, es decir, igual a una muestra de referencia (leche desnatada); 100 indica que demasiado de un atributo; 0 indica muy poco de un atributo.

Los resultados se presentan en la Tabla 5.

TABLA 5

	Olor a pescado	Sabor a pescado	Regusto
No tratado	73	86	59
Caldo de lisina + Trysil	58	61	53

EJEMPLO 7Tratamiento de ácido linoleico conjugado (CLA)

2 kg de CLA sin refinar (Clarinol G80, Lipid Nutrition, Wormerveer, NL) se calentaron a 70 °C bajo atmósfera de N₂. A continuación, el aceite se trató de acuerdo con a o b siguientes:

a. se añadió caldo de lisina al 0,4 % (Ajinomoto) y se mezcló a 100 rpm. Este suministra lisina al 0,2 %. Después de 20 minutos, la mezcla se secó durante 10 minutos a presión reducida (100 mbar, 10 kPa). A continuación se añadieron Trisyl al 2,8 % Trisyl (56 g) y el auxiliar de filtración Hiflow al 0,5 % (10 g) y también se mezcló durante 20 minutos a 100 rpm. La mezcla se secó de nuevo durante 30 minutos a presión reducida (100 mbar; 10 kPa). Finalmente, se filtró la mezcla.

b. Sin tratamiento.

Después de los tratamientos, la temperatura se aumentó hasta 80 °C y se añadió una mezcla antioxidante (0,4 %). A continuación, las muestras se blanquearon con la tierra decolorante Tonsil 215FF al 1 %, Trisyl al 0,5 % Trisyl (56 g) y el auxiliar de filtración Hiflow al 0,5 % durante 15 minutos a presión atmosférica y durante 15 minutos a 100 mbar (10 kPa) (100 rpm). Tras decolorar, las muestras se filtraron y se desodorizaron durante 2,5 horas a 135 °C. Las muestras se analizaron para determinar AV y PV. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

TABLA 6

	AV	PV (meq O ₂ /kg)
Antes del tratamiento	12,0	1,1
Sin tratamiento adicional	15,3	0,2
Caldo de lisina + Trysil	0,6	0,2

EJEMPLO 85 Ensayo de sabor del CLA tratado

Se usó un panel de sabor entrenado para probar los productos elaborados en el Ejemplo 7.

- 10 Para ello, el aceite se calentó a aproximadamente 50 °C, y el panel lo probó. EL panel entrenado evaluó las muestras en sobre una escala JAR (escala casi perfecta; Just About Right, por sus siglas en inglés) para algunos atributos. La escala va de 0 a 100; 50 indica que la muestra ensayada es completamente correcta, por tanto, igual a una muestra de referencia (aceite sin olor ni sabor); 100 indica que demasiado de un atributo; 0 indica muy poco de un atributo. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

15

TABLA 7

	Olor rancio	Sabor rancio
No tratado	54	61
Caldo de lisina + Trysil	50	50

EJEMPLO 9 (comparativo)

Efecto de la sílice en solitario sobre el AV

20

Los experimentos sobre aceite de pescado sin refinar mostraron que Trisyl disminuye el AV del aceite en aproximadamente 1,2 unidades AV por cada 1 % de sílice añadida, por peso del aceite. Por lo tanto, el efecto de la sílice usada en solitario sobre el AV es mínimo.

25

REIVINDICACIONES

1. Método para tratar un aceite comestible para eliminar aldehídos, que comprende poner en contacto el aceite con un aminoácido y un agente de adsorción, en donde el aminoácido y el agente de adsorción se ponen en contacto con el aceite por separado o como una mezcla.
5
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el aceite es para consumo oral.
3. Método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el aceite es aceite de pescado.
10
4. Método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el aceite comprende uno o más glicéridos de ácido linoleico conjugado.
5. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el valor de anisidina (AV) del aceite es bajo en comparación con el del aceite sin tratar, preferentemente en al menos un 50 % en comparación con el AV del aceite antes del tratamiento.
15
6. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aminoácido se utiliza en una cantidad del 0,05 al 0,5 % en peso, basado en el peso del aceite.
20
7. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aminoácido es lisina, cisteína, arginina o una mezcla de los mismos, preferentemente lisina.
8. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el agente de adsorción se utiliza en una cantidad del 1 al 5 % en peso, basado en el peso del aceite.
25
9. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el agente de adsorción es sílice, una tierra decolorante, una arcilla o una mezcla de los mismos, preferentemente sílice.
10. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aminoácido y el agente de adsorción se añaden al aceite.
30
11. Método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el aminoácido y el agente de adsorción se añaden al aceite a una temperatura comprendida en el intervalo de 50 a 80 °C.
35
12. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aminoácido se añade al aceite y esto va seguido por la adición del agente de adsorción.
13. Aceite comestible obtenible mediante el método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el aceite comestible: (I) comprende ácido linoleico conjugado en forma de uno o más glicéridos, que tiene un contenido de ácido linoleico conjugado de al menos un 50 % en peso de los restos de ácido graso presentes en los glicéridos, y un valor Totox de menos de 2; o (II) comprende uno o más glicéridos, que tienen del 37 al 60 % de EPA y DHA en peso de los restos de ácido graso presentes en los glicéridos, una relación de EPA a DHA mayor de 1 y un valor Totox de menos de 15.
40