

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 681 869**

51 Int. Cl.:

A23L 5/20 (2006.01)

C11B 1/10 (2006.01)

C11B 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.05.2015 PCT/MY2015/000039**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.11.2015 WO15174821**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.05.2015 E 15744982 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.05.2018 EP 3154374**

54 Título: **Proceso de refinado de un producto de aceite de fruto de palma crudo**

30 Prioridad:

16.05.2014 WO PCT/MY2014/000109

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

17.09.2018

73 Titular/es:

**SIME DARBY MALAYSIA BERHAD (100.0%)
19th Floor, Wisma Sime Darby Jalan Raja Laut
Kuala Lumpur 50350, MY**

72 Inventor/es:

**PIJPERS, RALF;
LONGARELA, GEMA RODRIGUEZ;
DE RUITER, GERHARD ADRIAAN;
TIONG, SOON HUAT;
TEH, HUEY FANG;
MD ZAIN, MOHD ZAIREY BIN;
NOOR, AHMADILFITRI;
KRISHNAN, ANANTHAN;
BERG, HIJLKELINE EPPONE;
APPLETON, DAVID ROSS y
KULAVEERASINGAM, HARIKRISHNA AL**

74 Agente/Representante:

TOMAS GIL, Tesifonte Enrique

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 681 869 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso de refinado de un producto de aceite de fruto de palma crudo

5 CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCION

[0001] La presente invención se refiere a un proceso de refinado de un producto de aceite de fruto de palma crudo, tal como aceite de fruto de palma crudo (por ejemplo aceite de palma crudo o aceite de semilla de palma crudo) o una fracción de tal aceite de fruto de palma crudo. El proceso de refinado según la presente invención
10 emplea una combinación de material de sílice poroso y tierra de blanqueo, donde el material de sílice poroso se selecciona de entre sílice (hidrogel de sílice), silicato amorfo, zeolita y combinaciones de los mismos. Los inventores han descubierto de forma imprevista que este proceso permite la producción de productos de aceite de fruto de palma refinado con niveles fuertemente reducidos de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0002] El 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD) libre se ha identificado como un contaminante en varios alimentos como condimentos líquidos (por ejemplo, salsa de soja) y productos de panadería que han sido calentados a altas temperaturas. Esta sustancia se forma cuando la grasa y los alimentos que contienen sal de cloruro se procesan a altas temperaturas. En experimentos con animales, el 3-MCPD ha llevado a un aumento en la cifra de células (hiperplasia) en los túbulos renales y, a niveles más altos, desencadenó tumores benignos.

[0003] Los estudios han identificado ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD en aceites refinados, tal como aceite de palma refinado. Se cree que los ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD se forman a altas temperaturas en presencia de agua después de una reacción entre grasas e iones de cloruro. En el refinado del aceite de fruto de palma y fracciones de aceites de fruto de palma, los ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD se forman predominantemente durante la desodorización. Además de los ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, también se han identificado ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD y ésteres de ácidos grasos de glicidilo en estos aceites de fruto de palma refinados.

[0004] El aceite de fruto de palma crudo se refina para eliminar impurezas tales como olor, sabor y color no deseados. El refinado del aceite de fruto de palma se puede realizar según dos métodos principales: refinado química o refinado físico. La diferencia principal entre los dos métodos es cómo se eliminan los ácidos grasos libres (AGL). En el refinado físico, muchos AGL se eliminan en la unidad de desodorización después del blanqueo. En el refinado químico, se elimina del aceite la mayor parte de los AGL mediante neutralización alcalina antes del blanqueo.

[0005] Técnicas de tratamiento que minimizan la formación de los ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD durante el refinado de productos de aceite de fruto de palma crudo se han propuesto en la técnica anterior.

[0006] WO 2010/063450 describe un método para la reducción del contenido de 3-MCPD en aceite vegetal refinado usando un método de refinado donde un aceite se desgoma, el aceite desgomado se mezcla con una tierra de blanqueo y se blanquea, la tierra de blanqueo se separa del aceite blanqueado y así se obtiene un aceite filtrado y el aceite filtrado se desodoriza, caracterizado por el hecho de que se añade agua al aceite para el desgomado, y el desgomado se realiza sin la adición de ácido a una temperatura por debajo de 70°C, el aceite desgomado se calienta a una temperatura en el rango de 80 a 100°C y la tierra de blanqueo se añade al aceite desgomado calentado en una cantidad superior al 1,5% en peso, y el blanqueo se realiza a una temperatura en el rango de 80 a 100°C.

[0007] WO 2011/069028 describe un método para la eliminación de ésteres de glicidilo del aceite, método que comprende: poner en contacto el aceite con un adsorbente; y, posteriormente, refinar con vapor el aceite. Los ejemplos de adsorbentes mencionados incluyen silicato de magnesio, gel de sílice, y arcilla de blanqueo. El ejemplo 1 E de WO 2011/069028 describe un experimento en el que se puso en contacto aceite de palma desodorizado con adsorbentes y se redesodorizó. El aceite de palma desodorizado se incubó con los adsorbentes a 70°C durante 30 min bajo vacío de 125 mm Hg. Los adsorbentes incluían silicato de magnesio (Magnesol R60™, Dallas Group, Whitehouse, NJ), gel de sílice (Fisher Scientific nº S736-1), alúmina ácida (Fisher Scientific nº A948- 500), y carbón activado lavado con ácido (ADP(TM) carbon, Calgon Corp., Pittsburg, PA).

[0008] WO 2012/107230 describe un proceso para la producción de un aceite refinado con un contenido reducido de éster de 3-MCPD y/o de éster de glicidilo que comprende someter un aceite a:

- a) un paso de blanqueo,
- b) un paso de desodorización,
- c) un paso de blanqueo final, y
- d) un paso de desodorización final,

donde el paso de desodorización final (d) se realiza a una temperatura al menos 40°C inferior al paso de desodorización (b).

[0009] WO 2013/093093 describe un método para eliminar ésteres de glicidilo de un aceite vegetal que comprende poner en contacto el aceite con al menos 0,5 % en peso del aceite de una tierra de blanqueo activada por ácido y desodorizar el aceite a una temperatura inferior a 200°C durante al menos 30 minutos.

[0010] El uso de sílice en el refinado de productos de aceite de fruto de palma crudo se ha descrito en la técnica anterior.

[0011] La sílice Trisyl® es un producto de sílice comercial que se usa en el refinado de aceites vegetales. Posibles usos identificados por el fabricante son:

- Adición secuencial (adición en 2 pasos): la adición de sílice (para eliminar impurezas polares) seguida de arcilla de blanqueo (para eliminar cuerpos de color).
- Blanqueo de lecho fijo: se filtra aceite tratado con sílice (aguas arriba) a través de filtros revestidos previamente con arcilla.
- Proceso de triple aclarado: se aplica sílice para eliminar los jabones y fosfolípidos presentes en el aceite y para prevenir el atasco del lecho de arcilla consumida "pre-filtrado". A mitad del proceso, la arcilla ya usada y considerada "consumida" que se elimina rutinariamente al final de cada ciclo de filtrado ciclo sigue estando parcialmente activa y se usa en un ciclo adicional en combinación con sílice, lo que reduce la carga de impureza en la arcilla fresca que se añade más adelante. Más adelante, una cantidad reducida de arcilla fresca se añade al aceite para conseguir la especificación de color requerida y al mismo tiempo para preparar otro lecho de arcilla consumida "pre-filtrado".

[0012] US 5,336,794 describe un proceso para la eliminación de impurezas de aceite de glicérido que comprende:

- a) seleccionar un aceite de glicérido que comprenda impurezas seleccionadas del grupo de las gomas, jabones, y fosfolípidos, y que también comprende pigmentos,
- b) poner en contacto dicho aceite con una cantidad suficiente de una sílice amorfa adsorbente para reducir los niveles de dichas impurezas hasta niveles que sean no inhibitorios para el funcionamiento del lecho fijo del paso (c), y
- c) hacer pasar dicho aceite por un lecho fijo de un agente de eliminación de pigmentos, la cantidad de dicho agente en dicho lecho fijo siendo al menos aproximadamente un 50% de la cantidad total de dicho agente usada en el proceso de adsorción y de tratamiento.

[0013] Siew et al. (Silica Refining of Palm Oil, JAOCS, Vol. 71, n° 9 (septiembre 1994)) investigó el uso de sílice (Trisyl) en combinación con arcilla de blanqueo para el refinado de aceite de palma. Se descubrió que las condiciones óptimas requeridas para Trisyl y la arcilla de blanqueo son 95-105°C durante un periodo de 30-40 min. Se observaron mejoras en el rendimiento del color para los productos de aceite de palma con la adición de pequeñas cantidades de Trisyl (0,06-0,24%) a la arcilla de blanqueo. Se obtuvieron niveles de fósforo más bajos en los aceites refinados con una adición de 0,12 y 0,24% de Trisyl, respectivamente. También se obtuvo una mejor estabilidad del color con los aceites tratados con Trisyl.

Una ventaja adicional fue la reducción en el tiempo de filtración, lo que permitió un mayor rendimiento en el refinado.

[0014] Rossi et al. (The role of bleaching clays and synthetic silica in palm oil physical refining, Food Chemistry 82 (2003) 291-296) describen procesos físicos de refinado de aceite de palma en los que se usaron diferentes tipos y concentraciones de arcilla en combinación con una cantidad fija de sílice sintética. Se compararon las características analíticas de los aceites crudos, desgomados, blanqueados y refinados al vapor. Los autores observan que, aunque las arcillas sometidas a prueba tenían actividades diferentes, las características analíticas de las correspondientes muestras de aceite de palma refinado eran similares. Según los autores, esto se puede explicar porque la sílice sintética, debido a su acción sinérgica con las arcillas, mitiga las diferencias entre los rendimientos de las distintas arcillas.

[0015] Zulkurnain et al (The effects of physical refining on the formation of 3-monochloropropane-1,2-diol esters in relation to palm oil minor components, Food Chemistry 135 (2012) 799-805) describen el resultado de un estudio en el que se utilizó el diseño D-óptimo para estudiar los efectos de los procesos de desgomado y blanqueo sobre la reducción de la formación de ésteres de 3-MCPD en aceite de palma refinado a partir de aceite de palma crudo de baja calidad en relación con los componentes menores del aceite de palma que probablemente sean sus precursores. El desgomado con agua redujo notablemente la formación de ésteres de 3-MCPD hasta en un 84%, de 9,79 mg/kg a 1,55 mg/kg. El blanqueo con silicato de magnesio sintético causó una reducción adicional del 10%, hasta 0,487 mg/kg. Los autores concluyen que la reducción en la formación del éster de 3-MCPD podría deberse a la eliminación de precursores relacionados antes del paso de desodorización

y a que el contenido de fósforo del aceite de palma blanqueado mostró una correlación significativa con la formación del éster de 3-MCPD.

[0016] Ermacora et al. (Influence of oil composition on the formation of fatty acid esters of 2-chloropropane-1,3-diol (2-MCPD) and 3-chloropropane-1,2-diol (3-MCPD) under conditions simulating oil refining; Food Chemistry 161 (2014) 383-389) investigaron el efecto de los acilglicérols y los compuestos clorados en el rendimiento de la formación de ésteres de MCPD en sistemas modelo que simulan la desodorización del aceite. La composición de los aceites se modificó mediante hidrólisis enzimática, purificación con gel de sílice y la aplicación de varios pasos de refinado antes de la desodorización (es decir, desgomado, neutralización, blanqueo). La disponibilidad de iones cloruro fue el principal factor limitante en la reacción de formación. Se descubrió que los compuestos clorados polares eran los principales donadores de cloruro, aunque también se observó la presencia de especies reactivas no polares donadoras de cloruro. WO 2010/126136 describe un proceso de refinado de un producto de aceite de fruto de palma crudo, dicho proceso que comprende los pasos sucesivos de eliminar los fosfolípidos y/o ácidos grasos libres de un producto de aceite de fruto de palma crudo sometiendo el producto de aceite a un pretratamiento alcalino, poniendo en contacto el producto de aceite de palma pretratado con uno de entre tierra de blanqueo o un material de sílice poroso para producir un aceite de fruto de palma blanqueado y desodorizar el producto de aceite de fruto de palma blanqueado para producir un producto de aceite de fruto de palma refinado.

RESUMEN DE LA INVENCION

[0017] Los inventores han descubierto inesperadamente que los productos de aceite de palma refinados que tienen un contenido excepcionalmente bajo de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD se pueden producir mediante un proceso de refinado que comprende los pasos sucesivos de:

a) eliminar los fosfolípidos y/o ácidos grasos libres de un producto de aceite de fruto de palma crudo sometiendo el producto de aceite a un pretratamiento, produciendo así un producto de aceite de fruto de palma pretratado con un contenido de fosfolípidos reducido y/o un contenido de ácidos grasos libres reducido;

b) poner en contacto el producto de aceite de fruto de palma pretratado con tierra de blanqueo y un material de sílice poroso para producir un producto de aceite de fruto de palma blanqueado, donde dicho material de sílice poroso tiene un área superficial de al menos $10 \text{ m}^2/\text{g}$ y se selecciona del grupo que consiste en sílice, silicato amorfo, zeolita y combinaciones de los mismos; y

c) desodorizar el producto de aceite de fruto de palma blanqueado para producir un producto de aceite de fruto de palma refinado; donde el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso a una temperatura de al menos 100°C y donde el pretratamiento del producto de aceite de fruto de palma crudo comprende los pasos sucesivos de:

- mezclar el producto de aceite de fruto de palma crudo con un líquido acuoso que tiene un pH alcalino de más de 8 para producir una mezcla de aceite y agua; y
- eliminar un líquido acuoso que contiene lípidos polares de la mezcla de aceite y agua.

[0018] El producto de aceite de fruto de palma pretratado puede ponerse en contacto con la tierra de blanqueo y el material de sílice poroso simultánea o secuencialmente.

[0019] El proceso de la presente invención permite la producción de aceite de palma refinado y de fracciones de aceite de palma refinado que contienen menos de $1 \text{ mg}/\text{kg}$ de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

[0020] Un primer aspecto de la presente invención se refiere al proceso de refinar un producto de aceite de fruto de palma crudo, proceso que comprende los pasos sucesivos de:

a) eliminar los fosfolípidos y/o los ácidos grasos libres de un producto de aceite de fruto de palma crudo sometiendo el producto de aceite a un pretratamiento, produciendo así un producto de aceite de fruto de palma pretratado con un contenido de fosfolípidos reducido y/o un contenido de ácidos grasos libres reducido;

b) poner en contacto simultánea o secuencialmente el producto de aceite de fruto de palma pretratado con tierra de blanqueo y un material de sílice poroso para producir un producto de aceite de fruto de palma blanqueado, donde dicho material de sílice poroso tiene un área superficial de al menos $10 \text{ m}^2/\text{g}$ y se selecciona del grupo que consiste en sílice (gel de sílice), silicato amorfo, zeolita y combinaciones de los mismos; y

c) desodorizar el producto de aceite de fruto de palma blanqueado para producir un producto de aceite de fruto de palma refinado; donde el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso a una temperatura de al menos 100°C y donde el pretratamiento del producto de aceite de fruto de palma crudo comprende los pasos sucesivos de:

- mezclar el producto de aceite de fruto de palma crudo con un líquido acuoso que tiene un pH alcalino de más de 8 para producir una mezcla de aceite y agua; y
- eliminar un líquido acuoso que contiene lípidos polares de la mezcla de aceite y agua.

5 [0021] El término "fruto de palma" como se usa en el presente documento se refiere al fruto de la palma de
aceite. El mesocarpio del fruto de la palma es la fuente del aceite de palma. La semilla del fruto de la palma es la
fuente del aceite de semilla de palma. El término "producto de aceite de fruto de palma" tal como se usa en el
presente documento, a menos que se indique lo contrario, se refiere al aceite que se deriva del fruto de la palma.
10 El término "producto de aceite de fruto de palma" también abarca fracciones de aceites de fruto de palma. Los
ejemplos de tales fracciones de aceite de palma incluyen oleína de palma (IV = 55-59), estearina de palma (IV =
32-37), súper oleína de palma (IV ≥ 60), súper estearina de palma (IV = 11-16), fracción media de palma (IV = 37-
41), estearina suave de palma (IV = 42-48), oleína de semilla de palma (IV = 20-25) y estearina de semilla de
palma (IV = 5-8). El término "producto de aceite de fruto de palma" también abarca mezclas de los productos de
aceite de fruto de palma anteriormente mencionados.

15 [0022] El término "producto de aceite de fruto de palma crudo" tal como se usa en el presente documento se
refiere a un producto de aceite de fruto de palma que no ha sido sometido a blanqueo o desodorización. Por lo
tanto, el término "producto de aceite de fruto de palma crudo" abarca tanto productos de aceite de fruto de palma
que han sido desgomados como productos de aceite de fruto de palma que no han sido desgomados.

20 [0023] El término "tierra de blanqueo", como se usa en el presente documento, se refiere a materiales de arcilla
activados que, debido a su actividad de adsorción y/o actividad blanqueante, pueden usarse para la purificación
de aceites y grasas. Los ejemplos de estos materiales de arcilla incluyen arcilla de montmorillonita, arcilla de
bentonita y arcilla de atapulgita. Estos tipos de arcilla se encuentran individualmente y también en combinación.

25 [0024] El término "desodorización" como se usa en la presente memoria, a menos que se indique lo contrario, se
refiere a la eliminación de componentes volátiles de productos de aceite de palma blanqueados por medio de
separación por vacío. Típicamente, la desodorización se lleva a cabo al vacío a alta temperatura usando un
medio de separación tal como vapor.

30 [0025] La presente invención ofrece la importante ventaja de que permite la producción de un aceite refinado de
fruto de palma que tiene un bajo contenido de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD a partir de un producto de
aceite de palma crudo de calidad estándar, en particular un producto crudo de aceite de fruto de palma que tiene
un contenido de ácidos grasos libres de al menos 2,5%, especialmente al menos 3%. Por lo tanto, a diferencia
35 de los procesos descritos en WO 2011/002275 y WO 2012/130745, el presente proceso de refinado no requiere
el uso de un aceite de palma crudo que tenga un contenido de ácidos grasos libres muy bajo. El contenido de
ácidos grasos libres puede determinarse usando el procedimiento analítico descrito en ISO 660.

40 [0026] De acuerdo con una forma realización de la presente invención, el producto de aceite de fruto de palma
crudo es un producto de aceite de palma crudo. El producto de aceite de palma crudo se selecciona
preferiblemente de aceite de palma crudo, oleína de palma cruda, estearina de palma cruda y mezclas de los
mismos. Más preferiblemente, el producto de aceite de palma crudo es aceite de palma crudo.

45 [0027] De acuerdo con otra forma de realización de la invención, el producto de aceite de fruto de palma crudo
es un producto de aceite de semilla de palma crudo. Preferiblemente, el producto de aceite de semilla de palma
crudo se selecciona de aceite de semilla de palma crudo, oleína de semilla de palma cruda, estearina de semilla
de palma cruda y mezclas de los mismos.

50 [0028] Debe entenderse que el presente proceso puede incluir pasos de proceso adicionales además del paso
de pretratamiento a), el paso de blanqueo b) y el paso de desodorización c). Por ejemplo, el presente proceso
puede incluir un paso de fraccionamiento y/o un paso de interesterificación antes del paso de desodorización c).
Del mismo modo, el presente proceso puede emplear pasos de lavado, por ejemplo antes y/o después del paso
de blanqueo b).

55 [0029] El líquido acuoso que se emplea en el pretratamiento tiene preferiblemente un pH alcalino de más de 10,
más preferiblemente de más de 11, y de la manera más preferible de más de 12.

60 [0030] En el paso de pretratamiento, el producto de aceite de fruto de palma crudo se mezcla típicamente con el
líquido acuoso alcalino en una proporción tal que la mezcla resultante contiene una cantidad en exceso de base
con respecto a la cantidad de ácidos grasos libres en la misma mezcla. Típicamente, la fase acuosa de la mezcla
resultante tiene un pH de más de 8, más preferiblemente de más de 10 y de la manera más preferible de más de
11.

65 [0031] Durante la mezcla del producto de aceite de fruto de palma crudo con un líquido acuoso como parte del
paso de pretratamiento a) se extraen lípidos polares del producto de aceite de fruto de palma crudo en el líquido
acuoso. Los ejemplos de tales lípidos polares incluyen ácidos grasos libres, sal de ácidos grasos libres (jabones)

y fosfolípidos. El líquido acuoso que contiene estos lípidos polares se elimina preferiblemente de la mezcla de aceite y agua por centrifugación o sedimentación por gravedad, de la manera más preferible por centrifugación.

5 [0032] Después de la eliminación del líquido acuoso que contiene lípidos polares, el producto de aceite de fruto de palma se puede secar adecuadamente hasta lograr un contenido de agua de menos del 0,15% en peso, más preferiblemente un contenido de agua de menos del 0,1% en peso y de la manera más preferible de menos del 0,08% en peso.

10 [0033] De acuerdo con una forma de realización particularmente preferida de la invención, el pretratamiento del producto de aceite de fruto de palma crudo comprende neutralizar el producto de aceite de fruto de palma crudo sometiendo dicho producto de aceite de fruto de palma crudo a la siguiente secuencia de pasos de proceso:

- desgomado del producto de aceite de fruto de palma crudo, por ejemplo por precipitación con ácido;
- 15 • adición de una base para neutralizar el producto de aceite de fruto de palma desgomado bajo la formación de una pasta de neutralización;
- eliminación de la pasta de neutralización para obtener un producto de aceite de fruto de palma pretratado; y
- opcionalmente, secado del producto de aceite de fruto de palma pretratado, por ejemplo hasta alcanzar un contenido de agua de menos del 0,2% en peso.

20 [0034] La pasta de neutralización puede eliminarse adecuadamente mediante técnicas conocidas en el estado de la técnica, tales como centrifugación y/o sedimentación por gravedad.

25 [0035] La base que se añade para neutralizar el producto de aceite de fruto de palma crudo se selecciona preferiblemente de hidróxido de sodio, hidróxido de calcio, hidróxido de magnesio, silicato de sodio y combinaciones de los mismos.

30 [0036] El producto de aceite de fruto de palma pretratado empleado en el presente proceso típicamente tiene un contenido de agua de menos del 0,2% en peso, más preferiblemente de menos del 0,1% en peso y de la manera más preferible de menos del 0,05% en peso.

35 [0037] El contenido de ácidos grasos libre del producto de aceite de fruto de palma pretratado es típicamente inferior al 0,5% en peso. Más preferiblemente, el contenido de ácidos grasos libres del producto de aceite de fruto de palma pretratado es inferior al 0,25% en peso, de la manera más preferible inferior al 0,1% en peso.

40 [0038] El contenido de fósforo del producto de aceite de fruto de palma pretratado es preferiblemente inferior a 30 ppm. Más preferiblemente, el contenido de fósforo del producto de aceite de fruto de palma pretratado es inferior a 10 ppm, de la manera más preferible inferior a 5 ppm. El contenido de fósforo puede determinarse usando el método descrito en ISO 10540-1.

45 [0039] Los inventores han descubierto que el presente proceso puede producir un producto refinado de aceite de fruto de palma con un nivel particularmente bajo de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD si el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso a una temperatura de al menos 100° C, preferiblemente de al menos 105°C, incluso más preferiblemente de al menos 108°C y de la manera más preferible de al menos 110°C. En este caso, estas temperaturas se refieren a la temperatura del producto de aceite de fruto de palma pretratado cuando se pone en contacto con el material de sílice poroso. Típicamente, la temperatura del producto de aceite de fruto de palma durante el contacto con el material de sílice no supera los 200°C, más preferiblemente no supera los 170°C, de la manera más preferible no supera los 150°C.

50 [0040] En el presente proceso, el producto de aceite de palma pretratado típicamente se pone en contacto con el material de sílice poroso durante al menos 1 minuto, más preferiblemente durante al menos 3 minutos, incluso más preferiblemente al menos 6 minutos y de la manera más preferible al menos 10 minutos. El tiempo de contacto entre el material de sílice poroso y el producto de aceite de fruto de palma pretratado no suele exceder los 300 minutos. Más preferiblemente, dicho tiempo de contacto no excede los 180 minutos.

55 [0041] El producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto ventajosamente con el material de sílice poroso a presión reducida. Preferiblemente, el contacto del producto de aceite de fruto de palma pretratado se produce a una presión de no más de 500 mbar, más preferiblemente de no más de 200 mbar y de la manera más preferible de no más de 100 mbar.

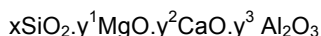
60 [0042] La puesta en contacto del producto de aceite de palma pretratado con el material de sílice poroso de acuerdo con la presente invención comprende preferiblemente la combinación del material de sílice y el producto de aceite de fruto de palma pretratado en una cantidad de 0,03-5% en peso del producto de aceite de fruto de palma pretratado. Más preferiblemente, la sílice se combina con el producto de aceite de fruto de palma pretratado en una cantidad de 0,06-3%, más preferiblemente de 0,1-2% y de la manera más preferible de 0,15-

1,5% en peso del producto de aceite de fruto de palma pretratado.

[0043] El material de sílice poroso empleado de acuerdo con la presente invención es preferiblemente un material de sílice hidratado, más particularmente un material de sílice hidratado que tiene una pérdida por calcinación de al menos 2% en peso, más preferiblemente de 4-45% en peso y lo más preferiblemente de 6-35% en peso. La pérdida por calcinación se determina calentando fuertemente ("calcinando") una muestra del material de sílice poroso a 1000 °C, permitiendo que las sustancias volátiles se escapen, hasta que su masa deje de cambiar. Los materiales volátiles perdidos generalmente consisten en "agua combinada" (hidratos y compuestos hidroxilables) y dióxido de carbono procedente de carbonatos.

[0044] De acuerdo con una forma de realización de la invención, el material de sílice poroso empleado en el presente proceso es sílice, preferiblemente hidrogel de sílice amorfa. El término "sílice" como se usa en el presente documento se refiere a hidrogel de sílice. El hidrogel de sílice se produce comúnmente a partir de las materias primas ácido sulfúrico y silicato de sodio (vidrio soluble). El silicato de sodio se disuelve en agua, el ácido sulfúrico se diluye con agua y ambas soluciones se mezclan a alta cizalladura en presencia de un exceso de ácido. Esto desestabiliza los ácidos polisilícicos presentes en la solución, causando que se liberen en una forma coloidal como hidrosol de sílice. Este hidrosol rápidamente se vuelve más robusto, por lo que se puede romper en pequeños trozos que permiten eliminar el sulfato de sodio y el exceso de ácido sulfúrico mediante lavado con agua. Después del lavado, el hidrogel se muele, se clasifica a un tamaño de partícula uniforme para garantizar buenas características de filtración y se envasa. El producto final contiene típicamente alrededor del 67% de volátiles (agua) y tiene un área de superficie (BET) de alrededor de 800 m²/gramo.

[0045] De acuerdo con otra forma de realización, el material de sílice poroso es silicato amorfo, preferiblemente silicato amorfo representado por la siguiente fórmula:



donde:

$$0.1 \leq (y^1 + y^2 + y^3)/x \leq 0.5$$

[0046] Los ejemplos de silicato amorfo que se pueden emplear en el presente proceso incluyen silicato de magnesio, silicato de calcio, silicato de aluminio y combinaciones de los mismos. De acuerdo con una forma de realización particularmente preferida, el silicato es silicato de magnesio sintético, especialmente un silicato de magnesio sintético que contiene, en sustancia calcinada, al menos 10% en peso de MgO y al menos 50% en peso de SiO₂.

[0047] De acuerdo con otra realización más de la invención, el material de sílice poroso es zeolita, preferiblemente zeolita cristalina micro porosa construida a partir de una red tridimensional de [SiO₄]⁴⁻ y [AlO₄]⁵⁻ con enlace tetraédrico entre sí mediante el intercambio de átomos de oxígeno y con una fórmula de estructura basada en la celda unitaria cristalográfica de M_{x/n}[(AlO₂)_x(SiO₂)_y]_wH₂O, donde M es un catión alcalino o alcalinotérreo, n es la valencia del catión, w es el número de moléculas de agua por celda unitaria, x e y son el número total de tetraedros por celda unitaria, y la proporción y/x tiene un valor de 1 a 100.

[0048] De acuerdo con otra forma de realización preferida, el material de sílice poroso empleado en el presente proceso es un polvo, más preferiblemente un polvo que tiene un tamaño de partícula primaria medio en masa en el rango de 0,5-1000 μm, más preferiblemente en el rango de 1-500 μm, más preferiblemente en el rango de 5-300 μm.

[0049] El área de superficie del material de sílice poroso empleado en el presente proceso típicamente se encuentra en el rango de 10-5000 m²/gramo. Más preferiblemente, el área de superficie de la sílice se encuentra en el rango de 50-3000 m²/g, aún más preferiblemente de 150-1500 m²/g y más preferiblemente de 250-1000 m²/g.

[0050] El material de sílice poroso y la tierra de blanqueo se emplean preferiblemente en el paso de blanqueo b) del presente proceso en una relación en peso que se encuentra en el rango de 2:1 a 1:20. Más preferiblemente, dicha relación en peso se encuentra en el rango de 1:1 a 1:15 y de manera más preferible de 1:2 a 1:10.

[0051] La invención abarca el uso de tierras de blanqueo activadas tanto neutras como ácidas. De acuerdo con una forma de realización particularmente preferida, la tierra de blanqueo empleada en el presente proceso es una tierra de blanqueo neutra. Los inventores han descubierto que la tierra de blanqueo neutra produce niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD sustancialmente más bajos en el producto de aceite de fruto de palma refinado que la tierra de blanqueo activada con ácido. La tierra de blanqueo neutra tiene típicamente un pH en el rango de 6 a 11, más preferiblemente de 6,5 a 9 (pH determinado según el estándar ASTM D6739 - 11 "Standard Test Method for Silica-pH Value")

5 [0052] La puesta en contacto del producto de aceite de fruto de palma pretratado con la tierra de blanqueo en el paso b) del presente proceso, comprende típicamente añadir tierra de blanqueo al producto de aceite de fruto de palma pretratado en una cantidad de 0,1-10% en peso del producto de aceite de fruto de palma. Más preferiblemente, la tierra de blanqueo se agrega en una cantidad de 0,2-5%, más preferiblemente de 0,25-4% y de la manera más preferible de 0,3-3% en peso del producto de aceite de fruto de palma pretratado.

10 [0053] Como se ha explicado anteriormente en este documento, en el presente proceso, el producto de aceite de fruto de palma pretratado se puede poner en contacto con la tierra de blanqueo y el material de sílice poroso simultáneamente o secuencialmente. Preferiblemente, el aceite pretratado se pone en contacto con el material de sílice antes o al mismo tiempo que se pone en contacto con la tierra de blanqueo.

15 [0054] De acuerdo con una forma de realización particularmente preferida, el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto simultáneamente con el material de sílice poroso y la tierra de blanqueo (tratamiento simultáneo de blanqueo). En esta forma de realización, el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice y la tierra de blanqueo bajo las mismas condiciones (temperatura, presión). En el tratamiento simultáneo de blanqueo, el tiempo de contacto con la tierra de blanqueo y el material de sílice no tiene que ser necesariamente el mismo ya que, por ejemplo, el material de sílice puede añadirse al producto de aceite de palma pretratado varios minutos después de haber añadido la tierra de blanqueo. En el tratamiento de blanqueo simultáneo, la tierra de blanqueo y el material de sílice se eliminan preferiblemente del producto de aceite de fruto de palma blanqueado simultáneamente, por ejemplo por filtración y/o centrifugación.

25 [0055] El tratamiento de blanqueo simultáneo del aceite pretratado de acuerdo con la presente invención puede comprender la adición combinada de material de sílice poroso y tierra de blanqueo al producto de aceite de fruto de palma pretratado. Alternativamente, el producto de aceite de fruto de palma pretratado se puede hacer pasar a través de un lecho poroso que contiene el material de sílice poroso y la tierra de blanqueo. El presente proceso preferiblemente no comprende la puesta en contacto del producto de aceite de fruto de palma pretratado con la tierra de blanqueo haciendo pasar el producto de aceite de fruto de palma pretratado a través de una torta de filtración que comprende una capa de tierra de blanqueo y una capa de sílice (blanqueo de lecho fijo).

30 [0056] En caso de que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se ponga en contacto con el material de sílice poroso antes o después de ponerlo en contacto con la tierra de blanqueo (tratamiento de blanqueo secuencial), la puesta en contacto con la tierra de blanqueo puede ocurrir a una temperatura y/o presión diferente a la de la puesta en contacto con el material de sílice.

35 [0057] En el tratamiento de blanqueo secuencial, el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone preferiblemente en contacto con la tierra de blanqueo a una temperatura de al menos 80°C, más preferiblemente de al menos 90°C, incluso más preferiblemente de al menos 95°C y lo más preferiblemente de al menos 100 °C. La temperatura del producto de aceite de fruto de palma pretratado cuando se pone en contacto con la tierra de blanqueo típicamente no supera los 150 °C. Más preferiblemente, dicha temperatura no supera los 140° C y de la manera más preferible no supera los 130 ° C.

45 [0058] En el tratamiento de blanqueo secuencial, el aceite de palma pretratado se pone en contacto preferiblemente con la tierra de blanqueo a una presión de no más de 500 mbar, más preferiblemente de no más de 200 mbar y de la manera más preferible de no más de 100 mbar.

50 [0059] En el tratamiento de blanqueo secuencial, el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone preferiblemente en contacto con la tierra de blanqueo durante al menos 10 minutos, más preferiblemente durante 15-300 minutos, incluso más preferiblemente durante 18-180 minutos y más preferiblemente durante 20-100 minutos.

55 [0060] De acuerdo con una forma de realización particularmente preferida del presente proceso, el tratamiento de blanqueo secuencial comprende primero poner en contacto el producto de aceite de fruto de palma pretratado con el material de sílice poroso y posteriormente con la tierra de blanqueo. De acuerdo con esta forma de realización, el material de sílice se elimina del producto de aceite de fruto de palma pretratado antes de que el producto de aceite se ponga en contacto con la tierra de blanqueo.

60 [0061] Preferiblemente, el producto de aceite de fruto de palma blanqueado que se obtiene del paso b) del presente proceso se desodoriza a una temperatura relativamente baja de no más de 240°C, más preferiblemente de no más de 235°C, incluso más preferiblemente de no más de 230 °C y más preferiblemente de no más de 225 °C. En el presente proceso, la eliminación de componentes volátiles del producto de aceite de fruto de palma blanqueado puede conseguirse adecuadamente a temperaturas inferiores a las utilizadas convencionalmente en la desodorización ($\geq 220^{\circ}\text{C}$), ya que la formación de ésteres de glicidilo puede reducirse empleando una temperatura inferior. Típicamente, esta temperatura es al menos 150 °C, más preferiblemente al menos 160 °C, incluso más preferiblemente al menos 180 °C y de la manera más preferible al menos 200 °C.

[0062] El presente proceso ofrece la ventaja de que permite la producción de productos de aceite de fruto de palma refinados que tienen un contenido muy bajo de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD utilizando un equipo que se emplea convencionalmente en el refinado de productos de aceite de fruto de palma crudo. El producto de aceite de fruto de palma refinado obtenido mediante el presente proceso contiene típicamente menos de 2 ppm de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, más preferiblemente menos de 1 ppm de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, incluso más preferiblemente menos de 0,7 ppm de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, de la manera más preferible menos de 0,5 ppm de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD.

[0063] También los niveles de ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD y los niveles de ésteres de ácidos grasos de glicidilo en el producto de aceite de fruto de palma refinado producido mediante el presente proceso son típicamente muy bajos. El producto de aceite de fruto de palma refinado contiene habitualmente menos de 1 ppm de ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD, más preferiblemente menos de 0,5 ppm de éster ácidos grasos de 2-MCP, incluso más preferiblemente menos de 0,4 ppm de éster ácidos grasos de 2-MCPD y más preferiblemente menos de 0,25 ppm de éster ácidos grasos de 2-MCPD.

[0064] El contenido de ésteres de ácidos grasos de glicidilo del producto de aceite de fruto de palma refinado es típicamente menor que 3 ppm, más preferiblemente menor que 1,5 ppm. Las concentraciones de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD y ésteres de glicidilo se pueden determinar (como 3-MCPD libre, 2-MCPD libre o glicidol libre) usando la metodología descrita en AOCS Official Method Cd 29a-13.

[0065] La presente invención también se refiere a un producto de aceite de fruto de palma refinado obtenido mediante un proceso como se ha definido en este documento anteriormente. Típicamente, este producto de aceite de fruto de palma refinado tiene un contenido de ácidos grasos libres de menos de 0,15% en peso, más preferiblemente de menos de 0,1% en peso y de la manera más preferible de menos de 0,05% en peso.

[0066] Otro aspecto más de la presente invención se refiere a un producto comestible que contiene 1-80% en peso de un producto de aceite de fruto de palma refinado que se obtiene mediante el proceso de acuerdo con la presente invención. Los beneficios de la presente invención son particularmente relevantes para productos comestibles en forma de mezclas de grasas, preparados para lactantes, alimentos infantiles, productos para untar, margarinas de cocina, grasas de panadería, grasas para masa, margarinas de panadería, aceites de cocina, grasas para freír, helados, productos alimenticios en polvo, alimentos para animales y alimentos para mascotas.

[0067] La invención se ilustra adicionalmente por medio de los siguientes ejemplos no limitativos.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

[0068] El aceite de palma crudo se refinó neutralizando, secando, blanqueando y desodorizando sucesivamente el mismo aceite de palma crudo, usando diferentes condiciones de blanqueo.

[0069] El aceite de palma seco neutralizado utilizado como material de partida para el paso de blanqueo tenía un índice de peróxidos de 3,4 meq O²/kg, un contenido de ácidos grasos libres del 0,06% y un contenido de fósforo de menos de 2 ppm. Los aceites blanqueados se desodorizaron a 220 °C, a una presión de menos de 5 mbar durante 150 minutos.

[0070] Los diferentes procedimientos de blanqueo empleados en los experimentos se resumen en la Tabla 1 (los porcentajes son % en peso de aceite). En todos los casos, el blanqueo se realizó a una presión de 100 mbar. Los experimentos 1-A y 1-B no son conforme a la invención.

Tabla 1

Experimento	Arcilla de blanqueo ¹	Sílice ²	Temperatura	Hora
1-A	1,1%	0%	95°C	20 min.
1-B	1,1%	0%	120/95°C ³	20 min.
1-1	1,1%	1%	120°C	20 min.
1-2	1,1%	1%	120°C	180 min.
1-3	1,1%	1%	120°C	200 min. ⁴

¹ Pure-Flo® B-80 (Oil Dri Corp.)

² Trisyl® (Grace GmbH & Co.)

³ Tratamiento térmico (120 °C, 180 min), seguido de lavado con agua, antes del blanqueo

⁴ Tratamiento consecutivo con sílice (20 min.) y arcilla de blanqueo (180 min.)

[0071] Los niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD y ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD en los aceites refinados así obtenidos se determinaron mediante el método descrito en AOCS Official Method Cd 29a-13. Los resultados de estos análisis se resumen en la Tabla 2.

5

Tabla 2

Experimento	Ésteres de 3-MCPD	Ésteres de 2-MCPD
1-A	2,5 ppm	1,1 ppm
1-B	2,6 ppm	1,2 ppm
1-1	0,6 ppm	0,3 ppm
1-2	0,4 ppm	0,2 ppm
1-3	0,6 ppm	0,3 ppm

Ejemplo 2

10

[0072] Se repitió el Ejemplo 1, usando diferentes procedimientos de blanqueo. Esta vez, el aceite de palma seco neutralizado utilizado como material de partida para el paso de blanqueo tenía un índice de peróxidos de 4,5 meq O²/kg, un contenido de ácidos grasos libres de menos del 0,1% y un contenido de fósforo de menos de 2 ppm.

15

[0073] Los diferentes procedimientos de blanqueo empleados en los experimentos se resumen en la Tabla 3 (los porcentajes son % en peso de aceite). Los experimentos 2-A, 2-1 y 2-2 no son conforme a la invención.

Tabla 3

Experimento	Arcilla de blanqueo	Sílice ³	Temperatura	Hora
2-A	1,1% ¹	0%	95°C	20 min.
2-1	1,1% ¹	1%	95°C	20 min.
2-2	1,1% ²	1%	95°C	180 min.
2-3	1,1% ¹	1%	120°C	180 min.
2-4	1,1% ¹	0,3%	120°C	180 min.
2-5	1,1% ²	1%	120°C	180 min.

¹ Pure-Flo® B-80 (Oil Dri Corp.)
² Tonsil® 510FF (Süd-Chemie AG)
³ Trisyl® (Grace GmbH & Co.)

20

[0074] Se determinaron los niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD y ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD en los aceites refinados así obtenidos. Los resultados de estos análisis se resumen en la Tabla 4.

Tabla 4

Experimento	Ésteres de 3-MCPD	Ésteres de 2-MCPD
2-A	2,5 ppm	1,0 ppm
2-1	2,0 ppm	1,0 ppm
2-2	2,1 ppm	0,9 ppm
2-3	0,7 ppm	0,2 ppm
2-4	0,6 ppm	0,2 ppm
2-5	1,2 ppm	0,5 ppm

Ejemplo 3

25

[0075] Se repitió el Ejemplo 1, usando diferentes procedimientos de blanqueo. Esta vez, el aceite de palma seco neutralizado utilizado como material de partida para el paso de blanqueo tenía un índice de peróxidos de 7,9 meq O²/kg, un contenido de ácidos grasos libres del 0,15% y un contenido de fósforo de menos de 2 ppm.

30

[0076] Los diferentes procedimientos de blanqueo empleados en los experimentos se resumen en la Tabla 5 (los porcentajes son % en peso de aceite).

Tabla 5

Experimento	Arcilla de blanqueo ¹	Sílice ²	Temperatura	Hora
3-1	0,3%	1%	120°C	180 min.
3-2	1,1%	0,3%	140°C	100 min.
3-3	1,1%	1%	140°C	100 min.
3-4	1,1%	1%	120°C	100 min.
3-5	2,2%	0,3%	120°C	100 min.

¹ Pure-Flo® B-80 (Oil Dri Corp.)

² Trisyl® (Grace GmbH & Co.)

[0077] Se determinaron los niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD y ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD en los aceites refinados así obtenidos. Los resultados de estos análisis se resumen en la Tabla 6.

5

Tabla 6

Experimento	Ésteres de 3-MCPD	Ésteres de 2-MCPD
3-1	1,6 ppm	0,6 ppm
3-2	0,7 ppm	0,4 ppm
3-3	0,7 ppm	0,4 ppm
3-4	0,6 ppm	0,3 ppm
3-5	0,4 ppm	0,2 ppm

Ejemplo 4

10 [0078] Se repitió el Ejemplo 1, usando diferentes procedimientos de blanqueo. Esta vez, el aceite de palma seco neutralizado utilizado como material de partida para el paso de blanqueo tenía un índice de peróxidos de 8,3 meq O²/kg, un contenido de ácidos grasos libres del 0,11% y un contenido de fósforo de menos de 2 ppm.

15 [0079] Los diferentes procedimientos de blanqueo empleados en los experimentos se resumen en la Tabla 7 (los porcentajes son % en peso de aceite).

Tabla 7

Experimento	Arcilla de blanqueo ¹	Sílice ²	Silicato ³	Temperatura	Hora
4-1	2,2%	0,3%		120°C	100 min.
4-2	2,2%		0,3%	120°C	100 min.

¹ Pure-Flo® B-80 (Oil Dri Corp.)
² Trisyl® (Grace GmbH & Co.)
³ Magnesol® R60 (The Dallas Group of America, Inc.)

20 [0080] Se determinaron los niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD y ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD en los aceites refinados así obtenidos. Los resultados de estos análisis se resumen en la Tabla 8.

Tabla 8

Experimento	Ésteres de 3-MCPD	Ésteres de 2-MCPD
4-1	0,4 ppm	0,2 ppm
4-2	0,4 ppm	0,2 ppm

Ejemplo 5

25

[0081] Se repitió el ejemplo 1, utilizando diferentes procedimientos de desgomado y blanqueo.

[0082] Los diferentes procedimientos de desgomado y blanqueo empleados en los experimentos se resumen en la Tabla 9 (los porcentajes son % en peso de aceite). El experimento 5-2 no es conforme a la invención.

30

Tabla 9

Experimento	Desgomado	Arcilla de blanqueo ¹	Sílice ²	Temperatura	Hora
5-1	Neutralización	1,1%	1%	120°C	180 min.
5-2	Refinamiento físico	1,1%	1%	120°C	180 min.

¹ Pure-Flo® B-80 (Oil Dri Corp.)
² Trisyl® (Grace GmbH & Co.)

35 [0083] El desgomado por neutralización se llevó a cabo de la siguiente manera. El aceite de palma crudo se calentó a aproximadamente 100 °C y se puso en contacto con una baja cantidad (0,05%) de ácido cítrico y/o fosfórico concentrado en un mezclador dinámico (para solubilizar los fosfolípidos), seguido de la adición de soda cáustica (9-11 N) para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en el aceite crudo. El jabón y los fosfolípidos disueltos se eliminaron del aceite a través de la fase acuosa en una centrifugadora. Después de otro de lavado con agua y centrifugado, el aceite se secó a aproximadamente 100 mbar.

40 [0084] El desgomado por refinado físico se llevó a cabo de la siguiente manera. El aceite de palma crudo se calentó a aproximadamente 100 °C y se puso en contacto con bajas cantidades de ácido cítrico y/o fosfórico

concentrado (para solubilizar los fosfolípidos) y agua en un recipiente agitado durante aproximadamente 20 minutos. Se aplicó vacío y el aceite se secó.

- 5 [0085] Se determinaron los niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD y ésteres de ácidos grasos de glicidilo en los aceites refinados así obtenidos. Los resultados de estos análisis se resumen en la Tabla 10.

Tabla 10

Experimento	Ésteres de 3-MCPD	Ésteres de 2-MCPD	Ésteres de glicidilo
5-1	0,4 ppm	0,2 ppm	0,9 ppm
5-2	2,8 ppm	1,4 ppm	0,6 ppm

10 **Ejemplo 6**

[0086] Se repitió el ejemplo 1, usando diferentes procedimientos de blanqueo. Esta vez, el aceite de palma seco neutralizado utilizado como material de partida para el paso de blanqueo tenía un índice de peróxidos de 8,9 meq O²/ kg, un contenido de ácidos grasos libre del 0,19% y un contenido de fósforo de menos de 2 ppm.

- 15 [0087] Los diferentes procedimientos de blanqueo/desodorización empleados en los experimentos se resumen en la Tabla 11 (los porcentajes son % en peso de aceite). Los experimentos 6-1 y 6-4 no son conforme a la invención.

Tabla 11

Experimento	Arcilla de blanqueo ¹	Silicato ²	Temperatura	Hora
6-1	1,1%	0%	120°C	100 min.
6-2	1,1%	1%	120°C	100 min.
6-3	2,2%	0,3%	120°C	100 min.
6-4	1,1%	1 %	90°C	100 min.

¹ Pure-Flo® B-80 (Oil Dri Corp.)
² Magnesol® R60 (El Grupo de Dallas de América, Inc.)

- 20 [0088] Se determinaron los niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-MCPD, ésteres de ácidos grasos de 2-MCPD y ésteres de ácidos grasos de glicidilo en los aceites refinados así obtenidos. Los resultados de estos análisis se resumen en la Tabla 12.
- 25

Tabla 12

Experimento	Ésteres de 3-MCPD	Ésteres de 2-MCPD	Ésteres de glicidilo
6-1	0,9 ppm	0,4 ppm	1,0 ppm
6-2	0,3 ppm	0,2 ppm	0,9 ppm
6-3	0,4 ppm	0,2 ppm	1,0 ppm
6-4	0,9 ppm	0,4 ppm	1,0 ppm

REIVINDICACIONES

1. Proceso de refinado de un producto de aceite de fruto de palma crudo, dicho proceso que comprende los pasos sucesivos de:

- 5
- a) eliminar los fosfolípidos y/o ácidos grasos libres de un producto de aceite de fruto de palma crudo sometiendo el producto de aceite a un pretratamiento, produciendo así un producto de aceite de fruto de palma pretratado con un contenido de fosfolípidos reducido y/o un contenido de ácidos grasos libres reducido;
- 10 b) poner en contacto simultánea o secuencialmente el producto de aceite de fruto de palma pretratado con tierra de blanqueo y un material de sílice poroso para producir un producto de aceite de fruto de palma blanqueado, donde dicho material de sílice poroso tiene un área de superficie de al menos $10 \text{ m}^2/\text{g}$ y se selecciona del grupo que consiste en sílice, silicato amorfo, zeolita y combinaciones de los mismos; y
- 15 c) desodorizar el producto de aceite de fruto de palma blanqueado para producir un producto de aceite de fruto de palma refinado;

en el que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso a una temperatura de al menos $100 \text{ }^\circ\text{C}$ y en el que el pretratamiento del producto de aceite de fruto de palma crudo comprende los pasos sucesivos de:

- 20
- mezclar el producto de aceite de fruto de palma crudo con un líquido acuoso que tiene un pH alcalino de más de 8 para producir una mezcla de aceite y agua; y
 - eliminar un líquido acuoso que contiene lípidos polares de la mezcla de aceite y agua.

25 2. Proceso según la reivindicación 1, en el que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto simultáneamente con la tierra de blanqueo y el material de sílice poroso.

30 3. Proceso según la reivindicación 1, en el que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone primero en contacto con el material de sílice poroso y posteriormente con la tierra de blanqueo.

4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el producto de aceite de fruto de palma blanqueado se desodoriza a una temperatura de no más de 240°C , preferiblemente a una temperatura de no más de 230°C .

35 5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso a una temperatura de $105\text{-}200^\circ\text{C}$, incluso más preferiblemente de $110\text{-}150^\circ\text{C}$.

40 6. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso durante al menos 1 minuto.

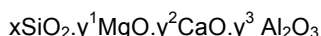
7. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el producto de aceite de fruto de palma pretratado se pone en contacto con el material de sílice poroso a una presión de no más de 500 mbar.

45 8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la puesta en contacto del producto de aceite de fruto de palma pretratado con el material de sílice poroso comprende añadir el material de sílice poroso al producto de aceite de fruto de palma en una cantidad de 0,05-5% en peso del producto de aceite de fruto de palma.

50 9. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el material de sílice poroso es sílice amorfa, preferiblemente hidrogel de sílice amorfa.

10. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el material de sílice poroso es zeolita, preferiblemente zeolita cristalina microporosa construida a partir de una red tridimensional de $[\text{SiO}_4]^{4-}$ y $[\text{AlO}_4]^{5-}$ con enlace tetraédrico entre sí mediante el intercambio de átomos de oxígeno y con una fórmula de estructura basada en la celda unitaria cristalográfica de $\text{M}_{x/n}[(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y] \cdot \text{H}_2\text{O}$, donde M es un catión alcalino o alcalinotérreo, n es la valencia del catión, w es el número de moléculas de agua por celda unitaria, x e y son el número total de tetraedros por celda unitaria, y la proporción y/x tiene un valor de 1 a 100.

60 11. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el material de sílice poroso es silicato amorfo, preferiblemente silicato amorfo representado por la siguiente fórmula:



65 donde: $0,1 \leq (y^1 + y^2 + y^3)/x \leq 0,5$.

12. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el material de sílice poroso y la tierra de blanqueo se emplean en el paso de blanqueo b) en una proporción en peso que se encuentra en el rango de 2:1 a 1:20.
- 5 13. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la puesta en contacto del producto de aceite de fruto de palma pretratado con la tierra de blanqueo comprende añadir tierra de blanqueo al producto de aceite de fruto de palma en una cantidad de 0,1-10% en peso del producto de aceite de fruto de palma.
- 10 14. Producto de aceite de fruto de palma refinado obtenido mediante un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
15. Producto comestible que contiene 1-80% en peso de un producto de aceite de fruto de palma refinado según la reivindicación 14.