

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 683 348**

51 Int. Cl.:

**A23L 2/52** (2006.01)

**A23D 9/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.02.2012 PCT/EP2012/000593**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.08.2012 WO12107230**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.02.2012 E 12703978 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.07.2018 EP 2672834**

54 Título: **Composiciones de aceites**

30 Prioridad:

**10.02.2011 EP 11001076**

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

**26.09.2018**

73 Titular/es:

**CARGILL INC. (100.0%)  
15407 McGinty Road West  
Wayzata, MN 55391, US**

72 Inventor/es:

**BRÜSE, FALK y  
KRUIDENBERG, MARCUS, BERNARDUS**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 683 348 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

Composiciones de aceites

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a procedimientos para preparar composiciones de aceites refinados que tienen un contenido muy bajo de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo. El alcance de la invención está definido mediante las reivindicaciones.

10 El procedimiento se caracteriza porque comprende someter un aceite a las siguientes etapas, en este orden: (a) una etapa de blanqueo, (b) una etapa de desodorización, (c) una etapa final de blanqueo y (d) una etapa final de desodorización, donde la etapa final de desodorización (d) se lleva a cabo a una temperatura de al menos 40°C menor que la etapa de desodorización (b) y donde la etapa final de desodorización (d) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 130°C-160°C.

**Antecedentes de la invención**

15 Los aceites crudos, tal como se extrajeron de su fuente original, no son aptos para el consumo humano debido a la presencia de altas concentraciones de contaminantes, tales como ácidos grasos libres, fosfátidos, jabones y pigmentos, que pueden ser tóxicos o pueden causar un color, olor o gusto indeseables. Por lo tanto, los aceites crudos se refinan antes de su uso. El procedimiento de refinado generalmente consta de tres etapas principales: desgomado, blanqueo y desodorización. Un aceite obtenido después de la finalización del procedimiento de refinado (llamado "aceite refinado") normalmente se considera adecuado para el consumo humano y, por lo tanto, puede utilizarse en la producción de cualquier cantidad de alimentos y bebidas.

20 Desafortunadamente, ahora se ha encontrado que el propio procedimiento de refinado contribuye a la introducción, en el aceite refinado, de altas concentraciones de ésteres de 3-monocloropropano-1,2-diol de ácidos grasos (ésteres de 3-MCPD) y ésteres de glicidilo, típicamente en una cantidad de aproximadamente 10-25 ppm. Los ésteres de 3-MCPD y los ésteres de glicidilo se producen como resultado de la exposición de los aceites a altas temperaturas durante el procesado, en particular durante la desodorización. Tanto los ésteres de glicidilo como los ésteres de 3-MCPD están asociados con un posible efecto cancerígeno. En particular, existe el riesgo de que los ésteres de 3-MCPD se conviertan en 3-MCPD libre en el cuerpo durante la digestión. Se sabe que el 3-MCPD libre, cuando está presente en el cuerpo en altas concentraciones, causa hiperplasia (aumento del recuento de células) en los tubos renales de los animales lo que, a su vez, puede conducir a la formación de tumores. Se observa un efecto similar para los ésteres de glicidilo que se convierten en glicidol libre en el cuerpo. Como tal, los órganos de expertos científicos de la UE, la Organización Mundial de la Salud y la Organización para la Alimentación y la Agricultura han establecido una ingesta diaria tolerable (TDI) para los seres humanos de 2 microgramos de 3-MCPD libre por kilogramo de peso corporal.

35 Suponiendo que todos los ésteres de 3-MCPD presentes en aceites refinados se convirtieran en 3-MCPD libre, se ha calculado que un hombre que consuma 100 g de margarina vegetal al día podría exceder el TDI anterior hasta cinco veces. Del mismo modo, un bebé alimentado con un preparado para lactantes (que contiene aproximadamente un 25% de grasa en peso) podría exceder el TDI en hasta 20 veces.

40 Por lo tanto, aunque todavía hay mucha incertidumbre sobre el efecto en el cuerpo humano de los ésteres de 3-MCPD y de los ésteres de glicidilo, varios organismos reguladores, que incluyen, por ejemplo, el Instituto Federal Alemán de Evaluación de Riesgos, han recomendado no obstante que se realicen esfuerzos para disminuir las concentraciones de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo en aceites refinados. Por lo tanto, se ha realizado un esfuerzo concertado en la industria del procesado de aceites para identificar formas de reducir las concentraciones de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo en aceites refinados.

45 Hasta la fecha, se han sugerido dos enfoques principales: el primero implica el suministro de aceites crudos que tengan concentraciones muy bajas de precursores de 3-MCPD, lo que significa que el aceite refinado final tendrá naturalmente un nivel de éster de 3-MCPD menor que un aceite refinado estándar. Desafortunadamente, esta solución es costosa e insostenible a altos volúmenes debido a la falta de fuentes disponibles de aceites de "bajo contenido de 3-MCPD". Como tal, el principal método utilizado en la industria para reducir el contenido de ésteres de 3-MCPD ha sido utilizar desodorización a baja temperatura con el fin de reducir la velocidad de conversión de precursores de 3-MCPD en ésteres de 3-MCPD. Desafortunadamente, incluso a las temperaturas más bajas posibles (se requiere una temperatura mínima para mantener la inocuidad de los alimentos), se formarán ésteres de 3-MCPD en cantidades que exceden las concentraciones máximas deseadas por la industria alimentaria. Por supuesto, esto podría abordarse parcialmente combinando la desodorización a baja temperatura con aceites crudos con un bajo contenido de precursores de 3-MCPD, pero esta solución aún sufrirá los obstáculos y costes asociados con el abastecimiento de tales aceites.

55 Una sugerencia adicional para reducir el contenido de ésteres de 3-MCPD se hace en el documento WO2010/036450 (SüdChemie). Se basa en un procedimiento de refinado modificado que utiliza un blanqueo muy

intenso (con altas cantidades de arcillas blanqueantes). Desafortunadamente, esta solución es prohibitivamente costosa para su uso a escala industrial y no es suficientemente efectiva: las concentraciones de ésteres 3-MCPD no se reducen suficientemente y, además, el procedimiento da como resultado altas pérdidas de rendimiento para el aceite en general.

5 Se ha observado que el blanqueo puede causar una reducción en las concentraciones de ésteres de 3-MCPD (véase el documento WO2011/069028A1). Sin embargo, el blanqueo también aumenta el contenido de ácidos grasos libres y afecta negativamente al sabor. Por lo tanto, debe ser seguido por una etapa de refinado adicional, típicamente una desodorización, para hacer que el aceite se ajuste al consumo.

10 En el European Journal of Lipid Science and Technology, volumen 113, marzo de 2011, páginas 387-392, Strijowski describe las posibilidades de una eliminación de ésteres de 3-MCPD y sustancias relacionadas del aceite de palma. Describe que hay indicios de que las temperaturas más altas y los tratamientos más prolongados durante la desodorización pueden contribuir a aumentar las concentraciones de estas sustancias en el aceite refinado. Sin embargo, no menciona nada acerca de alguna temperatura adecuada para la etapa final de desodorización.

15 En Fats and Oils Handbook, 1998, páginas 652 y 666-668, se muestra en la página 666 que la etapa de desodorización se lleva a cabo a 250-260°C y además en la página 667 se manifiesta que los aceites y las grasas contienen componentes de olor y sabor no deseados que tienen que ser eliminados.

20 Por lo tanto, todavía existe en la industria la necesidad de identificar un método eficiente y eficaz para producir aceites refinados con un sabor aceptable y con concentraciones muy bajas de ésteres de 3-MCPD y de ésteres de glicidilo. La presente invención proporciona dicho procedimiento.

### Sumario de la invención

25 Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para la producción de un aceite refinado que tiene un menor contenido de ésteres 3-MCPD y ésteres de glicidilo, caracterizado porque comprende someter un aceite a las siguientes etapas, en este orden: (a) una etapa de blanqueo, (b) una etapa de desodorización, (c) una etapa final de blanqueo y (d) una etapa final de desodorización, donde la etapa final de desodorización (d) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 130-160°C. La etapa final de desodorización (d) se lleva a cabo a una temperatura al menos 40°C menor que la etapa de desodorización (b).

30 De acuerdo con ciertas realizaciones, los procedimientos anteriores pueden comprender además una etapa de tratamiento alcalino seleccionada de una etapa de refinado alcalino y una etapa de interesterificación en medio alcalino.

### Descripción detallada

La presente invención proporciona un procedimiento para la producción de aceites refinados que tienen un contenido reducido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo.

35 Los aceites refinados son aceites que se han sometido a un refinado completo y son adecuados para su uso en la aplicación final designada. En particular, serán adecuados para el consumo humano. Tradicionalmente, el refinado ha incluido al menos una etapa de desgomado, una etapa de blanqueo y una etapa de desodorización, aunque también se pueden usar otras etapas de refinado. Un aceite no refinado (es decir, un aceite que no ha sido sometido a ninguna etapa de refinado) se denominará aceite crudo o virgen. Dichos aceites crudos podrían obtenerse por extracción con disolventes (tales como hexano) seguido por la evaporación del disolvente. La mezcla de aceite y disolvente se llama miscela, pero, por simplicidad, en la presente memoria también se denominará "aceite crudo".  
40 Un aceite parcialmente refinado es uno que ha sido sometido a una o más etapas de refinado pero que aún no es adecuado para usar en su aplicación final. Cuando el término "aceite" se usa solo, sin prefijo, puede referirse a un aceite no refinado, parcialmente refinado y/o totalmente refinado, cuyo significado se vuelve aparente a partir del contexto.

### 45 Procesado especial

La presente invención proporciona un procedimiento para la producción de un aceite refinado que tiene un contenido reducido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo, caracterizado porque comprende una etapa de blanqueo seguida de una etapa de desodorización y porque comprende una etapa de refinado final suave, es decir, una etapa final de blanqueo y/o desodorización llevada a cabo en condiciones que limitarán la formación de sustancias indeseables.  
50

### Blanqueo

El blanqueo es un procedimiento mediante el cual se eliminan las impurezas para mejorar el color y el sabor del aceite. Típicamente se realiza antes de la desodorización. La naturaleza de la etapa de blanqueo dependerá, al menos en parte, de la naturaleza y calidad del aceite que se blanquea. Generalmente, un aceite bruto o

parcialmente refinado se mezclará con un agente blanqueante que se combina con productos de oxidación (por ejemplo, peróxidos), trazas de fosfátidos, trazas de jabones, pigmentos y otros compuestos para permitir su eliminación. La naturaleza del agente de blanqueo puede seleccionarse para que coincida con la naturaleza del aceite crudo o parcialmente refinado para producir un aceite blanqueado deseable. Los agentes blanqueantes generalmente incluyen arcillas blanqueantes naturales o "activadas", también denominadas "tierras blanqueantes", carbón activado y diversos silicatos. Una persona experta podrá seleccionar un agente blanqueante adecuado de los que están comercialmente disponibles basándose en el aceite que se refina y el uso final deseado de ese aceite.

Los procedimientos de la presente invención incluirán al menos dos etapas de blanqueo. La etapa final de blanqueo es seguida por una etapa de desodorización, éstas pueden ser iguales o similares (por ej., con los mismos agentes blanqueantes y realizarse en condiciones similares), la etapa final de blanqueo podría ser incluso más intensa que la o las etapas precedentes. Preferiblemente, sin embargo, la etapa de blanqueo final será una etapa de blanqueo suave, es decir, menos intensiva que la o las etapas precedentes. Por ejemplo, la etapa de blanqueo final puede realizarse con menos agente blanqueante (o un agente blanqueante menos activo), a temperaturas más bajas y/o con un menor tiempo de retención, o en equipos de blanqueo que tendrán menos impacto en el sabor y en la formación de ácidos grasos libres (es decir, en un entorno pobre en oxígeno como se describió anteriormente).

Por lo tanto, el procedimiento de la presente invención incluirá una primera etapa de blanqueo seguida de una primera etapa de desodorización y una etapa de blanqueo final que es seguida por una etapa final de desodorización.

### **Desodorización**

La desodorización es un procedimiento mediante el cual los ácidos grasos libres (FFAs) y otras impurezas volátiles se eliminan tratando (o "extrayendo") un aceite crudo o parcialmente refinado con vapor de agua, nitrógeno u otros gases inertes. El procedimiento de desodorización y sus muchas variaciones y manipulaciones son bien conocidos en la técnica y la o las etapas de desodorización de la presente invención se pueden basar en una sola variación o en múltiples variaciones de las mismas.

Por ejemplo, los desodorantes se pueden seleccionar de cualquiera de una amplia variedad de sistemas comercialmente disponibles, incluyendo tanto los equipos desodorantes de cámaras múltiples (tales como los comercializados por Krupp de Hamburgo, Alemania; De Smet Group, SA de Bruselas, Bélgica; Gianazza Technology s.r.l. de Legnano, Italia, Alfa Laval AB de Lund, Suecia, u otros) y equipos desodorantes de múltiples bandejas (tales como los vendidos por Krupp, De Smet Group, SA, y Crown Ironworks de los Estados Unidos).

El procedimiento de la presente invención incluye dos (o más) etapas de desodorización, típicamente se usará un aparato desodorante separado para cada etapa de desodorización. Cada aparato desodorante puede ser de la misma marca, tipo, configuración, etc. o pueden ser diferentes, siempre que, si se utiliza más de una etapa de desodorización, la desodorización final es una etapa de desodorización suave según la etapa d) de la reivindicación 1. De acuerdo con una posible configuración, sin embargo, las desodorizaciones múltiples pueden realizarse en un único aparato de desodorización. De acuerdo con esta realización, se proporcionaría una salida de aceite tal que el aceite saldría del aparato desodorante después de la desodorización inicial a alta temperatura (por lo que se entiende que la desodorización inicial incluirá al menos una etapa de desodorización a alta temperatura). Luego se blanquearía y se reintroduciría en el aparato desodorante a través de una entrada colocada de manera que el aceite volvería a entrar en el aparato desodorante y sería sometido a una desodorización a una temperatura menos alta (es decir, desodorización a una temperatura de acuerdo con la etapa d) de la reivindicación 1). Esto podría hacerse, por ejemplo, en un aparato desodorante de múltiples bandejas o múltiples cámaras. En estos aparatos desodorantes, los intercambiadores de calor se colocan de manera que, por ejemplo, en la bandeja o cámara superior, los aceites se someten a una desodorización a 270°C. En la siguiente bandeja o cámara, la temperatura de desodorización será de 250°C, y así sucesivamente hasta que, en las bandejas inferiores, las temperaturas de desodorización sean 140°C ó 120°C. Por lo tanto, la salida de aceite podría colocarse debajo de un primer conjunto de bandejas/cámaras de manera que el aceite saldría del aparato desodorante después de la desodorización a 200°C, por ejemplo. La entrada de aceite se colocaría entonces de modo que el aceite sería reintroducido en una bandeja/cámara en la que la desodorización se realice a una temperatura de acuerdo con la etapa d) de la reivindicación 1. A continuación, se le permitiría continuar a través de las bandejas/cámaras hasta que alcance el final/parte inferior del aparato desodorante.

La desodorización se lleva típicamente a cabo a temperaturas elevadas y presión reducida para volatilizar mejor los FFAs y otras impurezas. La temperatura y presión precisas pueden variar según la naturaleza y la calidad del aceite que se procesa. La presión, por ejemplo, no será preferiblemente mayor que 10 mm de Hg, pero ciertas realizaciones se pueden beneficiar de una presión inferior o igual a 5 mm de Hg, p. ej. 1-4 mm de Hg. La temperatura en el aparato desodorante puede variarse según se desee para optimizar el rendimiento y la calidad del aceite desodorizado. A temperaturas más altas, las reacciones que pueden degradar la calidad del aceite transcurrirán más rápidamente. Por ejemplo, a temperaturas más altas, los ácidos grasos cis pueden convertirse en su forma trans menos deseable. Operar el aparato desodorante a temperaturas más bajas puede minimizar la conversión de cis a trans, pero generalmente tardará más tiempo o requerirá más medio de extracción o menor presión para eliminar el porcentaje requerido de impurezas volátiles. Como tal, la desodorización se realiza

típicamente a una temperatura en un intervalo de 200 a 280°C, siendo útiles para muchos aceites temperaturas de aproximadamente 220-270°C (nota: las temperaturas reflejan las temperaturas alcanzadas por los aceites en el aparato desodorante en lugar de, por ejemplo, la del vapor de agua utilizado durante el proceso).

5 Según la presente invención, se llevará a cabo una primera etapa de desodorización a una temperatura 40°C mayor que en la etapa final de desodorización (d).

La etapa final de desodorización se realizará a una temperatura en el intervalo de 130-160°C.

Por lo tanto, el procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones de la presente invención incluirá una primera etapa de blanqueo y una primera etapa de desodorización seguida de una etapa final de blanqueo y una etapa final de desodorización. También puede incluir una o más etapas de tratamiento con álcali.

## 10 Tratamiento alcalino

De acuerdo con una realización preferida, el procedimiento de la presente invención también puede incluir una o más etapas de tratamiento alcalino. El término "tratamiento alcalino" tal como se usa en el presente documento no debe entenderse como referencia únicamente al proceso de refinado químico tradicional conocido como "refinado alcalino", sino, en su lugar, a cualquier tratamiento del aceite con un álcali (es decir, a cualquier proceso en el que el 15 crudo o el aceite parcialmente refinado se pone en contacto con un álcali), como será evidente más adelante.

Refinado con álcali

De acuerdo con una realización específica, el tratamiento alcalino consistirá en una etapa del tipo de refinado alcalino que comprende: (a) mezclar un aceite crudo o parcialmente refinado con una disolución alcalina acuosa para producir una mezcla de aceite parcialmente refinado y una pasta de neutralización; (b) separar la pasta de 20 neutralización (por ej., usando una centrífuga o un depósito de decantación); y (c) lavar el aceite parcialmente refinado (preferiblemente con agua a una temperatura en el intervalo de 70-105°C). El aceite lavado y parcialmente refinado puede luego ser enviado a la siguiente etapa de refinado (nota: en el caso de miscela, el refinado alcalino dará como resultado una miscela neutralizada y lavada que primero tendrá que someterse a evaporación antes de que el aceite pueda enviarse a la siguiente etapa de refinado).

25 Los álcalis que se pueden usar para el refinado alcalino serán típicamente álcalis fuertes como el hidróxido de sodio o el carbonato de sodio. El hidróxido de sodio, por ejemplo, se usará preferiblemente a una concentración de aproximadamente 25%. Esta y otras variaciones posibles de la etapa de refinado alcalino serán evidentes para los expertos en la técnica y, por lo tanto, no necesitarán describirse en detalle aquí.

30 Sin desear estar sujeto a la teoría, se piensa que esta etapa de refinado alcalino permitirá que los precursores de los ésteres de 3-MCPD y los ésteres de glicidilo sean eliminados del aceite crudo o parcialmente refinado, reduciendo así el número total de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo formados durante el procesado posterior (por ejemplo, durante la desodorización). Como tal, cuando se usa, este tipo de etapa de tratamiento alcalino se realizará preferiblemente antes de la primera etapa de desodorización, más preferiblemente antes de la primera etapa de blanqueo.

## 35 Interesterificación alcalina

De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, la etapa de tratamiento alcalino puede ser una etapa de interesterificación alcalina, realizada poniendo en contacto un aceite crudo o parcialmente refinado con un catalizador de interesterificación alcalino.

40 La interesterificación se usa para cambiar el perfil de acil-gliceroles de un aceite (en particular intercambiando ácidos grasos entre diferentes triglicéridos). De nuevo, sin desear ligarse a la teoría, se cree que la etapa de interesterificación alcalina permite la eliminación de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo de un aceite tratado. Como tal, cuando se usa, la etapa de interesterificación con álcali se realizará preferiblemente después de la primera etapa de desodorización y, más preferiblemente, antes de la etapa final de blanqueo.

45 En la técnica se conocen varios catalizadores alcalinos de interesterificación. Estos incluyen, a modo de ejemplo solamente, alcoholatos de sodio y alcoholatos de potasio tales como metóxido de sodio y/o etóxido de sodio; estearato de sodio; hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Cualquiera de éstos puede usarse para los fines de la presente invención. De acuerdo con una realización particular, se usa metóxido de sodio, preferiblemente en concentraciones de aproximadamente 0,05 a 0,1% en peso. Ventajosamente, el aceite a tratar se pondrá en contacto con el catalizador de interesterificación alcalino a vacío y a una temperatura en el intervalo de 80 a 120°C. 50 El contacto se mantendrá preferiblemente durante 30 a 90 minutos. Esto típicamente dará como resultado la interesterificación completa del aceite, aunque debe observarse que no se piensa que la interesterificación real sea necesaria para lograr concentraciones reducidas de ésteres de 3-MCPD.

De acuerdo con una realización particular, el procedimiento de la presente invención puede incluir múltiples etapas de tratamiento alcalino. Por ejemplo, puede incluir una etapa del tipo de refinado alcalino antes de la primera

desodorización y una etapa de interesterificación alcalina subsiguiente a la primera desodorización. Otras permutaciones posibles serán evidentes para una persona experta en la técnica.

Por lo tanto, a modo de ilustración, las posibles realizaciones de la presente invención incluyen:

5 (I) Someter un aceite a (a) una etapa de refinado alcalino, (b) una etapa de blanqueo, (c) una etapa de desodorización, (d) una etapa final de blanqueo, y (e) una etapa final de desodorización suave de acuerdo con la reivindicación 1.

(II) Someter un aceite a (a) una etapa de blanqueo, (b) una etapa de desodorización, (c) una etapa de interesterificación alcalina, (d) una etapa final de blanqueo y (e) una etapa final de desodorización suave según la reivindicación 1.

10 (III) Someter un aceite a (a) una etapa de refinado alcalino, (b) una etapa de blanqueo, (c) una etapa de desodorización, (d) una etapa de interesterificación alcalino, (e) una etapa de blanqueo final, y (f) una etapa final de desodorización suave según la reivindicación 1.

### Etapas adicionales

15 Además de las etapas de refinado descritas anteriormente, el procedimiento de la presente invención puede incluir una o más etapas adicionales de refinado o tratamiento. Por ejemplo, el aceite crudo o parcialmente refinado puede someterse a una o más etapas de desgomado. Se puede usar cualquiera de una variedad de procedimientos de desgomado conocidos en la técnica. Uno de tales procedimientos (conocido como "desgomado en agua") incluye mezclar agua con el aceite y separar la mezcla resultante en un componente aceite y un componente de fosfátidos hidratados insolubles en el aceite, a veces denominado "goma húmeda" o "lecitina húmeda". Alternativamente, el contenido de fosfátidos puede reducirse (o reducirse aún más) mediante otros procedimientos de desgomado, tales como el desgomado ácido (usando ácido cítrico o fosfórico, por ejemplo), desgomado enzimático (p. ej., ENZYMAX de Lurgi) o desgomado químico (p. ej., desgomado SUPERIUNI de Unilever o desgomado TOP de VandeMoortele/Dijkstra CS). Si se usa una etapa de desgomado, preferiblemente precederá a la primera etapa de blanqueo.

25 El procedimiento también puede incluir opcionalmente una o más etapas de neutralización (antes del primer blanqueo), cualquier tipo de desparafinado (en cualquier lugar del proceso) y fraccionamiento (en cualquier lugar del proceso),

30 El procedimiento de la invención también puede incluir una o más etapas de modificación química o enzimática, que incluyen, por ejemplo, hidrogenación y/o interesterificación. La hidrogenación se realizará preferiblemente o antes de la primera etapa de desodorización o antes de la etapa de blanqueo final. La interesterificación química se realizará preferiblemente después de la desodorización inicial y antes de la desodorización final. Si el aceite que se trata de acuerdo con el presente procedimiento tiene un contenido de FFA relativamente bajo, también puede realizarse antes de la desodorización inicial. La interesterificación enzimática puede realizarse en cualquier punto del procedimiento y preferiblemente se realizará con una enzima tipo lipasa. Ventajosamente, se ha encontrado que cuando se realiza después de la etapa de desodorización inicial, la interesterificación enzimática se podría llevar a cabo al mismo tiempo que la segunda etapa de blanqueo, en el mismo procedimiento (por ej., en lotes o en una columna de lecho fijo).

40 El procedimiento también puede incluir, o de hecho estar precedido o seguido por, una o más etapas de mezclado. Puede ser deseable, por ejemplo, mezclar aceites de diferentes tipos o de múltiples fuentes. Por ejemplo, varios aceites crudos o parcialmente refinados podrían mezclarse antes de la primera etapa de blanqueo. Alternativamente, podrían mezclarse dos o más aceites refinados después de la etapa final de refinado o podrían mezclarse aceites parcialmente refinados en una etapa intermedia.

45 Son posibles muchas permutaciones y variaciones del presente procedimiento. Estos serán evidentes para un experto en la materia dependiendo de la naturaleza del crudo utilizado como material de partida y/o del tipo de aceite refinado que se produce y su uso final deseado. La única restricción que se impondrá es que el aceite no debe someterse a ninguna etapa de tratamiento, después de la última etapa de refinado suave (es decir, blanqueo y/o desodorización), que podría aumentar significativamente las concentraciones de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo en el aceite más allá de una concentración objetivo.

### Productos

50 El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones proporciona un aceite refinado que tiene un contenido reducido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo. Los aceites refinados pueden derivarse de aceites crudos o parcialmente refinados de cualquier tipo, fuente u origen. Se pueden derivar, por ejemplo, de una o más fuentes vegetales y/o animales y pueden incluir aceites y/o grasas de un único origen o mezclas de dos o más aceites y/o grasas de diferentes fuentes o con diferentes características. Pueden derivarse de aceites estándar o de aceites especiales como aceites de bajo contenido de 3-MCPD, de aceites y/o grasas modificados o no modificados (es decir, de aceites en su estado natural o aceites que han sido sometidos a una modificación química o enzimática o a

fraccionamiento) y así sucesivamente. Preferiblemente, se derivarán de aceites vegetales o mezclas de aceites vegetales. Ejemplos de aceites vegetales adecuados incluyen: aceite de soja, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de cacahuete, aceite de colza, aceite de cártamo, aceite de girasol, aceite de sésamo, aceite de salvado de arroz, aceite de coco, aceite de canola y cualquier otra fracción o derivado de los mismos. De acuerdo con una realización particularmente preferida, los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la presente invención se derivarán del aceite de palma.

Los diferentes aceites contienen diferentes concentraciones de precursores de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo y, por lo tanto, dan lugar a diferentes concentraciones de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo después del procesado. Los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la presente invención tendrán un contenido reducido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo, donde el término "reducido" se refiere a un contenido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo que es menor que el de un aceite correspondiente obtenido por refinado estándar (es decir, desgomado, blanqueo y desodorización estándar). Preferiblemente, los aceites refinados tendrán un contenido combinado de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo que es al menos 50% menor que el del aceite correspondiente obtenido mediante refinado estándar. Más preferiblemente, el contenido combinado de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo será al menos 60% menor, más preferiblemente al menos 70% menor, más preferiblemente al menos 80% menor, más preferiblemente al menos 90% menor.

Tomando aceite de palma a modo de ejemplo, cuando se refina mediante un refinado físico estándar (desgomado, blanqueo, desodorización), tiene un contenido combinado de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo de 15 a 25 ppm. En comparación, un aceite de palma refinado obtenido según el procedimiento de la invención tendrá un contenido combinado de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo ("M + G") de no más que 5 ppm, preferiblemente no más que 3 ppm, más preferiblemente no más que 2 ppm, más preferiblemente no más que 1 ppm, más preferiblemente no más que 0,5 ppm. De acuerdo con ciertas realizaciones particulares del procedimiento, tendrá un contenido combinado de M+G de 2,5 a 5 ppm. Alternativamente, puede tener un contenido combinado de M+G de 1 a 3 ppm. Alternativamente, puede tener un contenido combinado de M+G de 1 a 2,5 ppm. Alternativamente, pueden tener un contenido combinado de M+G de 0,3 a 1,7 ppm. Alternativamente, puede tener un contenido combinado de M+G de 0,5 a 1 ppm.

A menos que se especifique lo contrario, el contenido combinado de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo se determinará utilizando el Método A (DGF Standard Methods Sección C (Grasas) C-III 18 (09) Opción A). El contenido de ésteres de 3-MCPD solo puede determinarse por el Método B (DGF Standard Methods Sección C (Grasas) C-III 18 (09) Opción B). El contenido de ésteres de glicidilo puede así calcularse como el resultado del Método A menos el resultado del Método B.

Ventajosamente, el procedimiento de la presente invención será capaz de producir aceites con concentraciones indetectables de ésteres de glicidilo. Por "indetectable", se entiende que cualquier éster de glicidilo que se mida estará dentro del margen de error del método de ensayo. Por ejemplo, el aceite refinado puede tener un contenido de ésteres de glicidilo de 0,05 ppm o menos, más preferiblemente de 0,01 ppm o menos.

Los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la presente invención también tendrán, preferiblemente, un contenido de FFA de menos que 0,1%, más preferiblemente menos que 0,05% en peso, para evitar un olor y/o sabor desagradable. De hecho, los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la presente invención tendrán idealmente un valor de sabor, medido según el Método C, de 8 o más, preferiblemente de 9 o más.

### **Bebidas y productos alimenticios**

Los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la presente invención se pueden envasar y vender como tales (es decir, como aceites con bajo contenido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo) o se pueden mezclar adicionalmente con uno o más aceites o composiciones oleosas diferentes y/o con uno o más de otros ingredientes, que incluyen, si se desea, uno o más aditivos. Cuando los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la invención se mezclan con uno o más aceites diferentes, éstos serán preferiblemente aceites desodorizados y, aún más preferiblemente, aceites refinados obtenidos según el procedimiento de la invención.

Estos aceites refinados y mezclas de aceites refinados se pueden usar para cualquier propósito deseado, p. ej. en la industria alimentaria y de bebidas.

Los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la invención pueden, por ejemplo, usarse en productos de panadería (por ej., pasteles, panes, masas, pasteles, pastas, etc.), productos culinarios (por ejemplo, caldos), productos congelados (por ej., pizzas, patatas fritas, etc.) o productos lácteos (por ej., productos de queso, yogures, helados, etc.), en productos basados en grasas per se (tales como margarinas o aceites para freír), en preparados para lactantes, suplementos nutricionales, etc., como cualquier otro aceite o mezcla de aceites. Los aceites refinados obtenidos mediante el procedimiento de la presente invención serán particularmente adecuados para su uso en preparados para lactantes y/o en otros productos para la nutrición infantil. Preferiblemente, se usarán en productos de nutrición infantil para reemplazar otros aceites y/o grasas.

**Métodos y ejemplos**

**Método C**

El sabor de los aceites y grasas refinados es un criterio importante para juzgar la calidad del aceite; principalmente durante la degustación son reconocidos los productos de oxidación.

5 • Área de cata

El área de la prueba de cata debe ubicarse en un entorno limpio y neutral.

• Toma de muestra

10 Cada lote de aceites/grasas refinados debe evaluarse según el gusto. Se tomará una muestra representativa de un depósito para probar el aceite. La toma de la muestra debe realizarse de acuerdo con las instrucciones locales aplicables. Para tomar una muestra representativa, es posible que se requiera suficiente enjuague. Si los aceites se almacenan antes de la prueba, tienen que almacenarse apropiadamente (es decir, no a altas temperaturas).

• Preparación de muestras/materiales

- |   |                     |
|---|---------------------|
| Utensilios utilizados para la degustación | Copas de residuos   |
| Fondo blanco                              | Agua potable a 38°C |
| 15 Copas limpias                          | Horno microondas    |

20 Cuando las botellas de muestreo están sucias, ya sea en el exterior o en el interior; viértase el aceite/grasa en un vaso de precipitados de vidrio, para evitar los sabores de la botella sucia. Antes de que la cata pueda comenzar, las muestras tienen que estar a temperaturas específicas: los aceites vegetales se catan a temperatura ambiente; las grasas se catan a una temperatura de ± 50°C (o 10° C por encima del punto de fusión). Las grasas se pueden calentar en un horno o microondas para alcanzar esta temperatura.

• Métodos de ensayo del olor y del sabor

25 1 ó 2 miembros del panel de cata (que están entrenados y cualificados para catar aceites) deben probar el sabor de cada lote de aceites/grasas refinados. Primero deben limpiarse la boca con agua (moderadamente caliente a unos 38°C) y evaluar el olor del aceite/grasa (agitando espiralmente el aceite/grasa antes de olfatear). A continuación, se toman 10 mL del aceite/grasa en la boca y se hacen rodar por toda la boca (al menos 10 s, sin tragar). El aceite/grasa se escupe luego en una copa para desechos y se observa cualquier sabor posterior. Si es necesario probar otras muestras, el probador debe enjuagarse la boca con agua tibia (aproximadamente 38°C) entre cada muestra.

30 Debe tenerse en cuenta lo siguiente: las grasas no deben almidonarse en la boca, ni deben estar demasiado calientes, ya que esto influye en la percepción del sabor; para liberar los sabores de los aceites/grasas se debe aspirar alternativamente un poco de aire por la boca y circularlo con la lengua; las pruebas de cata no deben realizarse durante la media hora después de fumar, tomar café o comer. En general, la primera muestra no tendrá una buena puntuación. Esto es porque el catador tiene que superar la aversión de tomar aceite/grasa en la boca. Por lo tanto, se recomienda volver a catar la primera muestra después de 3 ó 4 aceites/grasas catados.

35 • Evaluación

El aceite se evalúa usando una escala de calificación para juzgar la calidad. Esta escala de calificación se basa en las escalas mencionadas en AOCS Cg 2-83, y va de 1 a 10, considerándose 8 o más bueno, es decir, que tiene un sabor suave.

Puntuación	Nivel de intensidad
10	Cero
9	Traza
8	Tenue
7	Ligero
6	Suave
5	Moderado

4	Definido
3	Fuerte
2	Muy fuerte
1	Extremo

Blando se define como un aceite/grasa que no tiene mal gusto, lo que influye negativamente en el sabor del aceite. No significa que el aceite no tenga sabor.

**Ejemplo 1 (referencia)**

- 5 Se refinó con álcali (a escala industrial) aceite de palma crudo con un contenido de FFA de 5,52% usando una disolución de hidróxido de sodio al 5,4% (20%). La neutralización se llevó a cabo por mezclado y centrifugación a 105°C. El lavado después de la separación se hizo con un 10% de agua en las mismas condiciones. El blanqueo con Taiko classic G al 1% se realizó durante 37 minutos a 98°C. La desodorización se llevó a cabo durante 50 minutos a 240°C y 4 mbar usando borboteo con vapor de agua al 2%.
- 10 Se tomaron muestras de esta producción estándar, que en promedio mostraron: 0,65 ppm de 3-MCPD y 2,13 ppm de 3-MCPD + Glicidol (es decir, 0,99 ppm de glicidol).

Después del segundo blanqueo de este aceite con 0,5% de arcilla blanqueante (Taiko classic G) durante 30 minutos a 100°C, el producto mostró 0,65 ppm de 3-MCPD y 0,66 ppm de 3-MCPD + Glicidol. La cata, sin embargo, mostró un fuerte sabor desagradable que sugería un aumento significativo de las concentraciones de FFA. Por lo tanto, se realizó un refinado físico adicional en condiciones estándar y, en promedio, dio lugar a 3,43 ppm de 3-MCPD y 10,02 ppm de 3-MCPD + Glicidol (es decir, 4,42 ppm de Glicidol).

- 15

**Ejemplo 2 (desodorización final suave) (referencia)**

- 20 Un aceite de palma refinado con álcali obtenido según la descripción anterior (sin el 2º blanqueo y desodorización) se volvió a blanquear con arcilla blanqueante al 0,5% (*Izegem* BC) y se desodorizó a temperaturas de 183,7°C, 188,1°C y 196,3°C, respectivamente. Los aceites obtenidos se analizaron y los resultados se muestran a continuación:

Temp. de desodorización	3-MCPD (ppm)	3-MCPD + Glicidol (ppm)	Glicidol (ppm)
196,3°C	0,73	0,85	0,080
188,1°C	0,67	0,71	0,027
183,7°C	0,67	0,68	0,007

- 25 Como se puede ver a partir de estos resultados, la etapa final de refinado suave da como resultado aceites con concentraciones muy bajas de ésteres de 3-MCPD y de ésteres de glicidol. De hecho, a temperaturas de desodorización por debajo de 190°C, las concentraciones de ésteres de glicidilo son efectivamente indetectables.

**Ejemplo 3 (análisis de sabor)**

- 30 En un sistema piloto para blanquear y desodorizar, se volvieron a blanquear 25 kg de aceite de palma refinado físicamente (aceite de palma RBD estándar) con Taiko classic G al 0,5% a 100°C. El producto se filtró y luego se desodorizó a temperaturas entre 120 y 220°C. En cada punto de ajuste, la temperatura se mantuvo durante 30 minutos, se tomó una muestra para su cata y luego se aumentó la temperatura al siguiente punto de consigna. El análisis del sabor (según el Método C) se da en la tabla siguiente, que demuestra que, a partir de 140°C, todas las muestras tenían un sabor tan bueno como el aceite de palma estándar RBD y que, incluso a 120°C, las muestras todavía tienen un sabor muy bueno y blando.

Muestra	Sabor
Aceite de palma RBD	9
Aceite de palma RBD vuelto a blanquear	4
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 120°C - referencia	8

Muestra	Sabor
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 140°C	9
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 160°C	9
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 180°C - referencia	9
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 200°C - referencia	9
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 220°C - referencia	9

**Ejemplo 4**

- 5 En un sistema piloto para blanquear y desodorizar se volvieron a blanquear 25 kg de aceite de palma refinado físicamente (RDB) con Taiko classic G al 0,5% a 100°C. El producto se filtró y desodorizó a 140°C. Los datos de sabor, 3-MCPD y glicidol se dan en la siguiente tabla, que demuestran que, a 140°C, el sabor volvió a ser tan bueno como el del aceite de palma RBD que se estaba probando y que los valores de 3-MCPD/glicidol no aumentaron nuevamente después de la desodorización adicional.

Muestra	Sabor	3-MCPD + glicidol	3-MCPD
Aceite de palma RBD	8	21,29	2,86
Aceite de palma RBD vuelto a blanquear	4	2,78	2,77
RBD vuelto a blanquear y a desodorizar @ 140°C durante 60 min.	8	2,77	2,59

**Ejemplo 5 (blanqueo final suave) (referencia)**

- 10 Se volvieron a blanquear 150 mL de aceite de palma RBD usando 0,2% de Taiko classic G. Se realizó el blanqueo a vacío durante 30 minutos a 70°C, 85°C y 100°C. Todas las etapas de llenado y la filtración se realizaron en condiciones atmosféricas. La tabla siguiente muestra los datos de contenido de 3-MCPD y el análisis de sabor. Se pudo demostrar la ventaja sobre el sabor de una temperatura más baja en el blanqueo.

Temperatura de re-blanqueo [°C]	Sabor	3-MCPD + glicidol [ppm]	3-MCPD [ppm]
100°C	4	2,36	n.m.
85°C	6	3,22	m.m.
70°C	7	5,26	n.m.
RBD estándar	9	9,44	2,40

(n.m. = no medido)

**Ejemplo 6 (blanqueo en un entorno pobre en oxígeno) (referencia)**

- 20 El re-blanqueo de 150 mL de aceite de palma RBD se llevó a cabo usando Taiko classic G al 0,2%. El blanqueo se hizo a vacío durante 1 h a 70°C y 85°C. Todas las etapas de llenado y la filtración se realizaron bajo atmósfera de nitrógeno. La tabla siguiente muestra los datos del contenido de 3-MCPD y el análisis de sabor. En atmósfera de nitrógeno, los resultados del sabor fueron significativamente mejores. Incluso a un tiempo de blanqueo prolongado, el blanqueo no disminuyó la evaluación del sabor en comparación con el aceite de palma RBD que se estaba probando, mientras que la eliminación de glicidol fue completa.

Temperatura [°C]	Sabor	3-MCPD + glicidol [ppm]	3-MCPD [ppm]
85°C	8	3,63	m.m.
70°C	8	3,97	n.m.
RBD	7	16,7	3,54

**Ejemplo 7**

A escala industrial, se interesterificaron químicamente 28 Tm de aceite de palma RBD (desodorizado a 270°C) usando metóxido de sodio al 0,1% como catalizador de interesterificación. Después de 1 hora de reacción a 95°C, el catalizador se neutralizó con agua y se eliminó por lavado. Después del blanqueo con 0,5% de BC a 100°C y la desodorización a 235°C, el producto se volvió a blanquear y se desodorizó a 220°C.

Muestra	3-MCPD [ppm]	3-MCPD + glicidol [ppm]	Glicidol [ppm]
Aceite de palma RBD	3,22	41,6	25,71
Después de la interesterificación química y el primer blanqueo	0,47	1,28	0,54
Después de la desodorización a 235°C	0,63	2,84	1,48
Después del re-blanqueo	0,66	0,67	0,01
Después de la desodorización a 220°C - referencia	0,64	1,13	0,33

5

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un procedimiento para la producción de un aceite refinado con un contenido reducido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo, caracterizado porque comprende someter un aceite a las siguientes etapas, en este orden:  
(a) una etapa de blanqueo, (b) una etapa de desodorización, (c) una etapa final de blanqueo y (d) una etapa final de desodorización, donde la etapa final de desodorización (d) se lleva a cabo a una temperatura de al menos 40°C menor que la etapa de desodorización (b), y donde la etapa final de desodorización (d) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 130°C-160°C.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las etapas (b) a (d) comprenden:
  - i) Introducir un aceite en un aparato de desodorización;
  - ii) Separar el aceite del aparato de desodorización vía una salida de aceite ubicada tal que el aceite salga del aparato de desodorización después de una desodorización inicial;
  - iii) Someter el aceite a una etapa de blanqueo;
  - 15 iv) Reintroducir el aceite al aparato de desodorización vía una entrada de aceite ubicada tal que el aceite entre en el aparato de desodorización y sea sometido a una desodorización adicional a una temperatura de al menos 40°C menor que la desodorización inicial.
- 20 3. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-2, caracterizado porque además comprende al menos una etapa de tratamiento alcalino seleccionada de una etapa de refinado alcalino y una etapa de interesterificación alcalina.
4. Un procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque comprende: una etapa de refinado alcalino llevada a cabo antes de la etapa de blanqueo (a) y/o una etapa de interesterificación alcalina llevada a cabo entre la etapa de desodorización (b) y la etapa de blanqueo final (c).