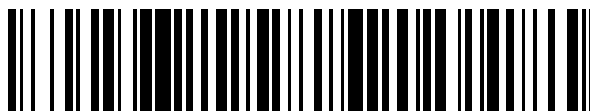


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 727 082**

51 Int. Cl.:

C11B 3/00 (2006.01)

C11B 3/10 (2006.01)

C11B 3/02 (2006.01)

C11B 3/06 (2006.01)

C11B 1/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.06.2015 PCT/EP2015/062182**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.12.2015 WO15181399**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.06.2015 E 15730076 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 3149133**

54 Título: **Método para purificar fases lipídicas refinadas**

30 Prioridad:

30.05.2014 DE 102014007740

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

14.10.2019

73 Titular/es:

DREI LILIEN PVG GMBH&CO. KG (50.0%)

Regerstrasse 1

65193 Wiesbaden, DE y

SE TYLOSE GMBH & CO.KG (50.0%)

72 Inventor/es:

DIETZ, MAX

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 727 082 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para purificar fases lipídicas refinadas

- 5 **[0001]** La presente invención se refiere a un procedimiento para separar sólidos en suspensión de una fase lipídica.

Antecedentes de la invención.

- 10 **[0002]** Fases lipídicas de origen biogénico además del uso adicional de grasas neutras, como triglicéridos, generalmente numerosas impurezas orgánicas, que proporcionan en el contexto biológico del que provienen los lípidos, para una solubilización. Por lo tanto, estos concomitantes, a pesar de sus propiedades anfílicas generales, a menudo tienen una lipofilicidad notablemente alta. Esto depende de la proporción de restos hidrófilos e hidrófobos. Mientras que los compuestos con una alta capacidad de unión de las moléculas de agua, como es el caso por ejemplo con los fosfolípidos hidratables (fosfatidilcolina y fosfatidiletolamina), se pueden lavar fácilmente mediante la
- 15 entrada de agua en una fase lipídica, este es ya el caso de fosfolípidos estructuralmente muy similares que no son hidratables. (Fosfatidilinositoles y fosfatidilserina), ya no existen. Además, los glicolípidos y glicoglicerolípidos también están presentes en la mayoría de las fases lipídicas, que a menudo tienen residuos de ácidos grasos de cadena muy larga y, a pesar de la ausencia de grupos polares, no pueden simplemente enjuagarse por medio de un medio acuoso de una mezcla de lípidos. Además, en la mayoría de las fases lipídicas de origen vegetal también se incluyen glucósidos de esteroles y colorantes hidrófobos, como carotenos y clorofilas. Dichos compuestos son completamente insolubles en agua y, por lo tanto, permanecen en la fase lipídica en un refino acuoso. Sin embargo, todos los compuestos anteriores pueden producir pequeñas cantidades de moléculas de agua a través de las fuerzas de intercambio electrostático p. ej. para unirse a grupos OH. Además, los compuestos mencionados anteriormente están generalmente presentes juntos en formas complejas, que incluyen iones del grupo de los metales alcalinotérreos y los metales. Como resultado, la cohesión en el área de los grupos hidrófilos aumenta aún más. Esto explica por qué es necesario purificar tales mezclas de lípidos con medios acuosos que contienen bases fuertes y ácidos fuertes. Sin embargo, aún no ha sido posible demostrar para ningún proceso que sea posible la separación completa de compuestos que pueden unir iones de agua a través de grupos OH. Por consiguiente, tampoco es posible, por medio de técnicas simples de refinación acuosa, reducir el contenido de agua residual o la capacidad del aceite refinado para agua a un nivel que cumpla con los requisitos del producto tanto para una calidad alimentaria como para una fase lipídica que se utiliza como producto técnico, por ejemplo, para combustibles biogénicos, es suficiente. Para lograr el secado de mezclas lipídicas refinadas acuosas de acuerdo con el estado de la técnica, las fases lipídicas pretratadas se liberan por calentamiento o por secado al vacío de los constituyentes de agua en los mismos, en donde se puede lograr una reducción del contenido de agua residual a valores entre 0,05 y
- 30 0,15% en peso. Tal proceso de secado aumenta los costos de refinación. Además, los compuestos de unión al agua permanecen en la fase lipídica, de modo que una entrada renovada de agua puede conducir nuevamente a la unión al agua y, por lo tanto, a la turbidez de la fase lipídica. Por lo tanto, estos compuestos a veces se denominan agentes de enturbiamiento, en donde la turbidez por la turbidez entendida aquí no es visible porque los compuestos orgánicos complejos son visibles, pero surge la turbidez de las moléculas de agua, que están unidas por estos compuestos orgánicos. En contraste con las estructuras orgánicas complejas, también conocidas como turbidez, que se pueden visualizar mediante técnicas ópticas y, por lo tanto, son extraíbles y separables como una estructura corpuscular por filtración, la turbidez aquí se caracteriza por el hecho de que no se basan en una técnica de filtro basada en una exclusión de tamaño de partículas corpusculares, se puede separar.
- 40 La presencia de tales compuestos orgánicos también puede afectar adversamente la estabilidad de oxidación de las fases lipídicas en las que se encuentran. Por lo tanto, su eliminación de una fase lipídica es deseable porque proporciona un producto de refinación muy mejorado. Las etapas de refinación de la técnica anterior de refinación acuosa de mezclas de triglicéridos, como el tratamiento con tierras decolorantes y/o vaporización (desodorización), son capaces de reducir significativamente la capacidad de unión al agua de las fases lipídicas predefinidas acuosas. La desventaja aquí es que los pasos del proceso que siguen a los pasos de refinación acuosa dan como resultado un aumento considerable en los costos de producción. Además, un tratamiento con tierras decolorantes también conduce a una pérdida relevante de triglicéridos, que se eliminan con ellos.
- 45 Ahora se ha establecido un proceso de refinación acuosa, que permite una separación mucho más eficiente de los precursores anfílicos de una fase lipídica. Con ello se puede eliminar muy eficientemente tanto compuestos anfílicos que contienen sacáridos, como los glicolípidos de las fases lipídicas, así como también los ácidos carboxílicos. Además, también hay una separación relevante de tintes, por lo que se logra una calidad de dicho aceite refinado, lo que hace que ya no sea necesario un tratamiento adicional con tierra blanqueadora o desodorización. Como resultado, es posible un refinado acuoso eficiente y económico de fases lipídicas biogénicas, con lo que se pueden ahorrar los costos del proceso. Sin embargo, se ha encontrado que con la eliminación muy completa de glicolípidos, ácidos grasos libres, compuestos que contienen fósforo e iones de metales alcalinotérreos,
- 60 las fases lipídicas refinadas se obtienen después de una separación centrífuga de estos compuestos junto con las fases acuosas, teniendo todavía una neblina significativa. Hubo un contenido de agua residual de >1,5% en peso, por lo que los aceites no cumplieron con las especificaciones requeridas del producto, aunque se redujo el contenido de fósforo a <2 ppm y el contenido de calcio, magnesio y hierro a <0,05 ppm y cuyo contenido de ácidos grasos libres puede llegar a <0,15% en peso. Cuando tal fase de aceite turbio refinado se sometió a secado, por ejemplo, mediante secado al vacío, el contenido de humedad residual se pudo reducir a <0,1% en peso. Los aceites secos eran transparentes. Tales aceites se podrían agregar mediante el mezclado con cantidades relevantes de agua, de
- 65

modo que estos aceites volvieran a estar turbios y no pudieran clarificarse mediante técnicas de procesamiento centrífugo. Se desea una reducción de la humedad residual de una fase lipídica refinada para obtener un aceite tan claro como sea posible, pero también para la mejora de la calidad del aceite, la humedad residual es un determinante decisivo. Otro aspecto de la humedad residual de una fase lipídica se relaciona con la estabilidad de almacenamiento, que se ve afectada adversamente por un mayor contenido de moléculas de agua que permanecen en una fase lipídica. Sin embargo, esto también ocurre cuando haya compuestos presentes en la fase lipídica, que sean capaces de enlazar las moléculas de agua, por ejemplo, desde el aire. Por lo tanto, es necesario reducir el contenido de agua residual a un mínimo específico del producto y es deseable eliminar los sabores desagradables que promueven la absorción de agua en la fase lipídica. En las fases lipídicas y especialmente en los aceites y grasas de origen vegetal o animal, las reacciones químicas ocurren en un grado variable, dependiendo de las condiciones de almacenamiento (exposición al aire/luz, condiciones de temperatura, superficies del recipiente) y la presencia de compuestos puede causar la oxidación de los dobles enlaces de carbono (consulte la determinación del valor de p-anisidina) y la presencia de compuestos que permiten la fijación o reducción de radicales, como los tocoferoles, polifenoles o escualeno. Los procesos oxidativos incluyen aldehídos, cetonas y ácidos grasos libres, que aceleran aún más los procesos oxidativos y son en gran parte responsables de los sabores desagradables en los aceites vegetales. Durante un proceso de refinación clásico, el proceso de desgomado generalmente conduce a una reducción de los compuestos que causan procesos oxidativos. El tratamiento de aceites con tierras decolorantes puede conducir a oxidaciones catalizadas por ácido y, en una medida variable, los compuestos que tienen propiedades antioxidantes se agotan, por lo que la estabilidad de oxidación de un aceite puede empeorar notablemente con esta etapa del proceso. En principio, lo mismo se aplica al proceso de desodorización, especialmente cuando se requieren temperaturas de vapor más altas (>220°C) y un tiempo de residencia más largo (>15 minutos) del aceite. Por lo tanto, la estabilidad de almacenamiento está influenciada por los métodos clásicos en diversos grados. Por lo tanto, en comparación con los aceites prensados en frío, tales aceites refinados a menudo no tienen ninguna ventaja en términos de estabilidad de almacenamiento, ya que en los aceites nativos se han dejado los antioxidantes contenidos en ellos y no se han agregado compuestos que promuevan la autooxidación. Las sustancias que promueven la autooxidación generalmente tienen grupos de radicales libres o formadores de radicales, o tienen una capacidad de unión para las moléculas de agua. Un agotamiento dirigido de estos compuestos no es posible en la técnica anterior.

[0003] Se pudo demostrar que el método de extracción de agua, tal como secado al vacío, resulta en la eliminación deseada de los contenidos de agua residuales. Sin embargo, la aplicación de estas técnicas hace que el proceso de refinación acuosa no sea económico. Además, la reentrada de agua en una fase lipídica que se ha refinado en agua y luego se seca al vacío es todavía posible. Esto afecta significativamente las propiedades del producto de las fases lipídicas. Ya que en estas fases lipídicas ya se hizo un agotamiento de las impurezas a un nivel, lo que hace que las etapas de refinación adicionales, como el blanqueo o la desodorización, ya no sean necesarias y que las fases lipídicas obtenidas de este modo sean económicas y suaves sobre el producto de la turbidez restante y, por lo tanto, por un lado. Se necesitaba un nuevo procedimiento para reducir el contenido de agua residual al nivel requerido y para reducir la reutilización del agua. Sorprendentemente, ahora se ha encontrado un método muy simple y eficaz con el cual, en el caso de una fase lipídica bien prepurificada pero turbia, es posible eliminar el contenido residual de agua de una fase lipídica que se puede obtener luego del refinado acuoso y al mismo tiempo eliminar esta turbidez. Además, debido a que el proceso se puede llevar a cabo a un costo relativamente bajo de compuestos a temperatura ambiente y sin gastos de equipo relevantes, con una pérdida de lípidos neutros muy pequeña o completamente despreciable, este proceso representa una mejora considerable con respecto a los procesos de la técnica anterior descritos anteriormente y cumple las condiciones deseadas. Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es proporcionar procesos para secar las fases lipídicas con la eliminación simultánea de la turbidez orgánica que se une al agua.

Objeto de la invención

[0004] El objeto de la presente invención es proporcionar procesos para la separación de sustancias de turbidez de una fase lipídica.

[0005] Este objetivo se logra mediante la enseñanza técnica de las reivindicaciones independientes. Otras realizaciones ventajosas de la invención se harán evidentes a partir de las reivindicaciones dependientes, la descripción, las figuras y los ejemplos.

Descripción detallada de la invención

[0006] Fases lipídicas biogénicas, que se obtuvieron bajo condiciones anhidras, por lo general tienen una formación clara para ver si se filtraron los sólidos suspendidos que a menudo se denominan confusamente turbidez en la literatura. A menudo, la entrada de agua en estas fases lipídicas es difícil de lograr debido a que los compuestos capaces de unirse a las moléculas de agua están tan complejados en la fase lipídica que están protegidos por la fase lipídica neutra circundante. Esta cohesión compleja, que es posible, en particular, por los fosfolípidos no hidratables, así como por los iones de metales alcalinotérreos e iones metálicos, primero debe romperse para que estos compuestos puedan interactuar con las moléculas de agua y, por lo tanto, convertirse en una fase acuosa para luego agregarlos a la fase acuosa. Inevitablemente, esto conduce a una ruptura de compuestos orgánicos

complejados unidos que, aunque también son capaces de unirse a moléculas de agua, por ejemplo a través de grupos OH, no pueden convertirse en la fase acuosa debido a su fuerte lipofilia. Esta teoría es apoyada por observaciones hechas en el refinado de mezclas de triglicéridos. Aquí, se encontró que, para cada aceite que contenía un alto contenido de impurezas, se produjo un aumento en la turbidez de la mezcla de triglicéridos después de cada etapa de refinación acuosa luego de una separación centrífuga de la fase acuosa, a pesar de un importante agotamiento de las sustancias acompañantes. Esto es especialmente cierto cuando hay glicolípidos y glicoglicerolípidos en la fase lipídica. Si, además de un desgomado acuoso clásico opcional, que se puede llevar a cabo con agua pura y/o un ácido (por ejemplo, ácido fosfórico), en estas fases lipídicas es posible una reducción óptima de las sustancias que lo acompañan. Se ha encontrado que, si al menos una de las etapas básicas de refinación acuosa se lleva a cabo con un compuesto que contiene grupo guanidina o grupo amidina, es posible obtener fases lipídicas en las que se logra un agotamiento altamente eficiente de las sustancias acompañantes, con un contenido de fósforo de <5 ppm (o <5 mg/kg) de ácidos neutralizables de <0,15% en peso y una extracción virtualmente completa de metales alcalinotérreos e iones metálicos a valores <0,05 ppm (o <0,05 mg/kg) con una reducción significativa en tintes de plantas (como clorofilas) en las fases lipídicas resultantes. Por otro lado, el contenido de agua y la turbidez en el aceite refinado aumentaron cuando se lograron resultados de refinación particularmente buenos. Esto fue particularmente notable cuando el refinado se llevó a cabo con una mezcla intensiva con una solución acuosa que contenía guanidina o compuestos que contienen grupos amidina. Las emulsiones resultantes estaban significativamente más nubladas que después de la adición con agitación de la solución de refinación acuosa. Esto se debe a una distribución mucho más homogénea de la fracción de agua en la fase oleosa, que podría demostrarse midiendo los tamaños de gota contenidos en la misma mediante una medición de DLS. Además, la tendencia a la coalescencia de las gotitas formadas fue significativamente menor después de la aplicación intensiva de la fase acuosa que después de la agitación. La estabilidad a largo plazo de dicha emulsión también fue significativamente mayor. No obstante, fue precisamente en estas emulsiones muy estables que fue posible lograr la separación de fases por centrifugación, aunque los aceites obtenidos fueron más turbios que en el caso después de agitarse en la solución de refinación acuosa. Una descarga de agua no podría lograrse en estas fases de aceite turbias por una variación del proceso de refinación, por ejemplo por cantidades variables introducidas con un mezclador intensivo de soluciones acuosas en la fase lipídica o cambiando las condiciones en la separación de la fase centrífuga (cambio en la centrifugación o aceleración centrífuga). Por lo tanto, se puede demostrar que mediante una entrada más intensiva de una fase acuosa que contiene guanidina o compuestos que llevan grupos amidino, aunque se puede lograr un agotamiento completo de sustancias oleosas, como en una introducción agitada, mientras que la turbidez de la fase de aceite resultante es más fuerte que en un refinado con una introducción agitada de la fase acuosa.

La turbidez de las fases lipídicas, que se produjo por la hidratación de la turbidez orgánica de unión al agua debido al refinado acuoso con al menos un compuesto que contiene grupo guanidina o amidina, permaneció completamente sin cambios durante meses, no se produjo la separación espontánea de las fases.

[0007] Sorprendentemente, se ha encontrado que esta hidratación puede ser utilizada por compuestos orgánicos lipófilos fijadores de agua para adherir tales compuestos o complejos, por lo que pueden ser extraídos de su matriz orgánica y por lo tanto separarse por métodos físicos.

Esto también es sorprendente porque a pesar de la reducción lograda de los compuestos de unión al agua conocidos de una fase lipídica, que pueden eliminarse en el marco de un proceso de refinación acuosa y, en particular, la eliminación virtualmente completa de iones de metales alcalinotérreos e iones metálicos, los compuestos orgánicos de unión al agua todavía estaban presentes en tales fases lipídicas biogénicas, que no se puede convertir en una fase acuosa, por lo que estos compuestos tienen una lipofilia muy alta, con un pequeño número o ausencia de grupos ionizables. De hecho, en las fases lipídicas biogénicas, tales compuestos están en cantidades variables, tales como, p. ej. esteroides, escualeno, fenoles, ceras, ácidos de cera, vitaminas, glicolípidos o colorantes.

[0008] Sorprendentemente, se ha encontrado ahora que compuestos celulósicos permiten una aclaración completa de la turbia de aceites hidratados de una refinación acuosa, que se llevó a cabo como se describe en el presente documento y en donde existían entonces valores de las características del petróleo como, p. ej. para aceites comestibles, como un contenido de fósforo residual de <5 ppm (o <5 mg/kg) y un contenido de ácidos grasos libres de <0,15% en peso. Esto es tanto más sorprendente porque los productos de celulosa según la invención pueden distribuirse en una fase oleosa y tienen solo una capacidad de unión limitada para el agua. Estos resultados también son sorprendentes porque los mismos compuestos de celulosa no tuvieron ningún efecto sobre la ductilidad adicional de las pulpas orgánicas que se unen al agua, ya sea cuando se agregan a una mezcla de triglicéridos antes de las etapas de refinación acuosa, o se agregan a una mezcla de triglicéridos después de dicha refinación acuosa que había sido sometida a secado al vacío y tenía solo un bajo contenido de agua residual. En ambos casos, después de la separación de las preparaciones de celulosa, se produjo una nueva posibilidad de entrada de agua en la fase lipídica, mientras que esto ya no fue el caso después de la extracción de las sustancias orgánicas turbias que se unen al agua de acuerdo con la invención.

Por lo tanto, un efecto particularmente ventajoso del proceso de acuerdo con la invención es refinar una fase lipídica refinada acuosa en la que las sustancias orgánicas turbias que se unen al agua están presentes en una forma hidratada, en el sentido de que se logra una interacción de las turbideces con otros compuestos para que las turbideces se puedan extraer de su matriz orgánica. Se puede hacer, por lo tanto, para la interacción de la turbidez orgánica que se une al agua, que permite la separación inventiva de las turbideces, haciendo posible la extracción

de un apósito con otras sustancias que acompañan a la grasa si tiene lugar un refino acuoso al menos con una solución que contenga grupos de guanidina o compuestos de amidino y, siendo estas turbideces hidratables por un agotamiento óptimo de otros compuestos solubles en agua y por la presencia (simultánea) de agua. Hidratado significa en este contexto una unión de moléculas de agua. La presencia de moléculas de agua en las gotas a separar representa el determinante importante para la interacción de acuerdo con la invención en forma de adsorción y/o formación de complejos para la capacidad de extracción de las sustancias orgánicas de turbidez que se unen al agua.

[0009] Una realización preferida es por tanto proporcionar una fase lipídica en la etapa a), presente en la materia en suspensión orgánica en una forma hidratada.

[0010] Según la invención, el objeto se consigue mediante un procedimiento para la adsorción y la extracción o la formación de complejos y la extracción de turbideces lipofílicas orgánicas de unión de agua refinada de fases lipídicas acuosas, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene turbideces lipófilas orgánicas de unión al agua, en donde la fase lipídica se ha sometido a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
- b) agregar un adsorbente y/o un agente complejante a la fase lipídica de la etapa a),
- c) separación de las turbideces lipófilas orgánicas de unión al agua adsorbida o complejada de la etapa b) mediante una separación de fases,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un filosilicato, y en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0011] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para la separación de sólidos orgánicos lipófilos de unión de agua en suspensión a partir de una fase lipídica de refinado acuoso, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene turbideces lipófilas orgánicas de unión al agua, en donde la fase lipídica se ha sometido a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
- b) agregar la fase lipídica de la etapa a) con un adsorbente y/o un agente complejante,
- c) separación de fases y separación de las sustancias turbia lipofílica orgánica adsorbida o complejada de unión a agua,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un filosilicato, y en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0012] La fase lipídica que contiene turbideces tiene que someterse a al menos una extracción acuosa por medio de una solución neutral a básica, de modo que se garantiza una reducción suficiente de las sustancias de la fase lipídica previamente purificada. Se entiende que una solución neutra significa agua. Una solución básica es una solución acuosa cuyo pH es superior a 7.

[0013] Para preparar una solución acuosa cuyo pH es más grande que 7, son adecuadas sales que, tras la disociación en agua, forman carbonato de (CO_3^{2-}), bicarbonato de (HCO_3^-), Metasilicato- (SiO_3^{2-}), ortosilicato- (SiO_4^{4-}), disilicato ($\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$), trisilicato ($\text{Si}_3\text{O}_7^{2-}$ o borato (BO_3^{3-}). Se prefieren más los compuestos de hidróxido, en particular con cationes monovalentes metales alcalinotérreos, tales como, por ejemplo, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, pero también otros compuestos de hidróxido, como el hidróxido de amonio. En principio, se puede utilizar cualquier compuesto básico conocido por los expertos que se disocia en agua y que se puede disolver en agua.

[0014] Una realización preferida del método es la provisión de una fase lipídica en el paso a), que ha sido sometida al menos a una limpieza de pre-etapa con una base y/o solución ácida.

[0015] También es preferible proporcionar una fase lipídica en la que, después de una refinación acuosa con un grupo de guanidina o compuesto de grupo de amidino se ha logrado la reducción sustancialmente completa de compuestos que contienen fosfatos e iones de metales alcalinotérreos y grupos de ácido libre.

[0016] Las sustancias suspendidas orgánicas de unión a agua en la fase lipídica pre-purificada son entonces llevadas b) en contacto con una adsorción y/o formador de complejos. Las turbideces lipófilas orgánicas que se unen al agua se adsorben en adsorbentes adecuados o pueden formar complejos con ciertos iones que son en gran parte insolubles en agua pero que pueden separarse en una fase acuosa debido a su complejidad. De este modo, el proceso se completa mediante la separación de las turbideces adsorbidas o complejadas de la etapa b) en la etapa c) mediante una separación de fases, las turbideces orgánicas adherentes o complejadas que se unen al agua junto con el extractante se pueden separar para obtener una fase lipídica de baja turbidez y en gran parte anhidra.

[0017] En una realización de la invención, de acuerdo con uno de los procedimientos descritos en el presente documento en el paso a), realizará al menos una extracción acuosa por medio de una solución acuosa con al menos un grupo de guanidina o compuesto de amino con una K_{ow} de $<6,3$.

[0018] El término K_{ow} se refiere al coeficiente de distribución entre n-octanol y agua.

[0019] La enseñanza técnica y los ejemplos muestran varias realizaciones de métodos de refinado acuoso, que se dirigen a la obtención de una fase lipídica según la invención en el sentido de la etapa a) de los procesos llevados a cabo en el presente documento.

[0020] Otra característica esencial consiste en proporcionar medios de adhesión y formación de complejos.

[0021] El uso de productos de celulosa es una realización preferida para la adsorción de turbideces orgánicas hidrogenadas de unión a agua de acuerdo con la invención. Se prefieren celulosa y hemicelulosa. Estos pueden estar en su estructura química natural o modificarse químicamente al tener sustituyentes. Solo unos pocos ejemplos se pueden mencionar aquí como ejemplos, tales como carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, metilhidroxietilcelulosa, metilhidroxipropilcelulosa, etilhidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, metilcelulosa. Se prefieren compuestos de éster de celulosa. Otros compuestos preferidos son los éteres de celulosa. Estos pueden ser una forma fibrosa, cristalina o amorfa. El peso molecular es en principio arbitrario, pero preferiblemente debería estar en un rango entre 200 y 500.000 Da, más preferiblemente entre 1.000 y 250.000 Da, y lo más preferiblemente entre 2.000 y 150.000 Da. El tamaño de partícula también es arbitrario, preferiblemente, sin embargo tamaños de partícula de 5 a 10.000 μm , más preferiblemente entre 20 y 5.000 μm y más preferiblemente entre 50 y 500 μm .

[0022] En principio, otros compuestos azucarados son adecuados como adsorbentes de acuerdo con la invención, esto incluye, entre otros, hexosas o pentosas unidas a enlaces glucosídicos β -1,4, tales como, p. ej. quitina, callosa, o hexosas o pentosas unidas a enlaces glucosídicos α -1,4, almidón como la amilosa.

[0023] Además, son posibles, así como combinaciones de estructura compleja de las conexiones prescritas de las mismas.

[0024] Estos biopolímeros son también ventajosos porque pueden ser eliminados muy bien de las fases lipídicas de diversos métodos de la técnica anterior, tales como la sedimentación, centrifugación o filtración. También es ventajoso que después de la separación de la fase lipídica apenas se separan los triglicéridos. Por otro lado, prácticamente no queda celulosa en la fase lipídica. Una ventaja adicional de dicha separación por adsorción de las turbideces que se unen al agua hidratada es que pueden extraerse y separarse en condiciones de proceso suaves y, por lo tanto, estar presentes en principio en una forma química y estructuralmente inalterada y estar disponibles para una utilización adicional.

[0025] Por otra parte, muy buenos resultados finales podrían lograrse con sulfato de cloruro de hidroxilo de polialuminio. Por lo tanto, la presente invención también se refiere a procedimientos que usan sales de hidroxiclورو de polialuminio.

[0026] Por consiguiente, la invención incluye la utilización de métodos descritos en este documento para la separación y para la recuperación de turbideces lipófilas orgánicas de unión de agua.

[0027] En una realización preferida, el suministro de turbideces orgánicas de unión a agua que contienen fases lipídicas hidratadas a una temperatura entre 10 y 60°C, más preferiblemente entre 15 y 50° y más preferiblemente entre 20 y 40°C.

En una realización preferida, el secado de una fase lipídica tiene lugar a una temperatura de <40°C. La cantidad de turbidez orgánica hidratada extraíble puede variar según la aplicación, así como la capacidad de adsorción del adsorbente utilizado. Por lo tanto, se ha de determinar tanto la cantidad de adsorbente (celulosa, derivados de celulosa y otros compuestos que contienen sacáridos como se describe en el presente documento) requerida para refinar una fase lipídica refinada, como el tiempo requerido para que el adsorbente permanezca en la fase lipídica prepurificada para cada aplicación. Preferiblemente, la dosificación del adsorbente a la fase lipídica es <5% en peso, más preferiblemente <3% en peso, y lo más preferiblemente <1% en peso. También se prefiere un tiempo de adsorción de 1 minuto a 12 horas, más preferiblemente entre 5 minutos y 8 horas, y lo más preferiblemente entre 10 minutos y 3 horas. La introducción de los compuestos de celulosa se lleva a cabo preferiblemente agitando con un agitador de hélice con una ligera agitación de la fase lipídica hasta lograr una distribución muy homogénea en la fase lipídica. Ya que la duración requerida para esto puede variar naturalmente, se debe determinar la duración requerida para esto. La duración del proceso de agitación se incluye en el período de adsorción y debe dar cuenta de una proporción de <20%. Los compuestos de celulosa se separan preferiblemente inmediatamente después del tiempo de adsorción requerido. Esto se puede hacer por sedimentación, separación centrífuga o filtración. Se da preferencia a la filtración, los dispositivos y filtros requeridos para este propósito conocidos por los expertos en la técnica.

En una realización adicional, para obtener una hidratación óptima de las turbideces orgánicas de unión al agua, es decir, la unión de las moléculas de agua a las turbideces orgánicas o la formación de una envoltura de agua, después de una o más operaciones de refinación acuosa, se lleva a cabo una etapa de refinación acuosa con una solución acuosa que contiene un grupo de guanidina disuelta o compuesto portador del grupo amidino.

- [0028]** En una realización preferida, la hidratación se lleva a cabo mediante turbideces orgánicas ligantes de agua por una etapa de refinado acuoso con una solución que contiene compuestos de grupos de guanidina o que llevan amidina. En este caso, se da preferencia a una relación cuantitativa entre la fase lipídica y la fase acuosa que contiene un grupo de guanidina disuelta o compuestos portadores de grupos de amidina de 10:1, más preferiblemente de 10:0,5, y más preferiblemente de 10:0,1. Se da preferencia a la introducción mixta intensiva con un sistema de mezcla rotor-estator. Los términos homogeneización, dispersión, entrada intensiva, entrada intensiva, mezcla intensiva y mezcla intensiva se usan aquí esencialmente de forma sinónima y se refieren a la homogeneización de aceite con una solución acuosa. Por el método de homogeneización de las fases lipídicas, además de los ácidos carboxílicos, otros compuestos orgánicos que no corresponden a un disolvente neutro o apolar, existe una co-descarga muy ventajosa y efectiva de estos compuestos en la fase acuosa en los ácidos carboxílicos disueltos nanoemulsivamente. Los sistemas y métodos de mezcla intensivos son conocidos de la técnica anterior, tales como sistemas de rotor-estator, molinos de envase, homogeneizadores de alta presión o homogeneizadores ultrasónicos. Esta entrada de mezclador intensivo preferida tiene lugar preferiblemente durante un período de 1 a 20 minutos, más preferiblemente entre 2 y 10 minutos, y lo más preferiblemente entre 3 y 5 minutos. La temperatura de la fase lipídica está preferiblemente entre 10 y 60°C, más preferiblemente entre 15 y 50°C y lo más preferiblemente entre 20 y 40°C. Se da preferencia a una separación de fase centrífuga inmediatamente posterior, que es preferiblemente <10 minutos, más preferiblemente <7 minutos y lo más preferiblemente <5 minutos.
- [0029]** La extracción de turbideces orgánicas de unión a agua hidratadas de fases lipídicas refinadas por agua puede llevarse a cabo dependiendo de la aplicación con una formulación en polvo del adsorbente y de preferencia de compuestos de celulosa o caolín. En este caso, el adsorbente se puede agregar a la fase lipídica prepurificada o la fase lipídica al adsorbente.
- [0030]** En una realización, un compuesto solublemente inorgánico sólido y no iónico puede usarse como un adsorbente. Para la adsorción de acuerdo con la invención de turbideces orgánicas que se unen al agua hidratada, se usan filosilicatos. En este caso, los minerales de arcilla particularmente preferidos, tales como montmorillonita, colitas, caolines, serpentinas. También son particularmente preferidos los compuestos de silicato que contienen aluminio. Ya son particularmente ventajosos porque están disponibles a gran escala y debido a su estructura física no tienen efectos tóxicos. En una realización, se da preferencia al uso de silicatos en lámina que tienen un contenido de aluminio de >25% en peso, más preferiblemente de >30% en peso y lo más preferiblemente de >40% en peso. La forma preferida de aplicación es un polvo microcristalino. Especialmente preferido es el caolín. Más preferida es una forma de polvo de cristal de microcristalino de caolín. La cantidad de polvos de los compuestos inorgánicos depende de la capacidad de adsorción específica. Se prefiere una relación en cantidad (g/g) del absorbente en polvo a la fase lipídica prepurificada de <0,03:1, más preferiblemente <0,01:1 y más preferiblemente <0,001:1. La temperatura de la fase lipídica está preferiblemente entre 10 y 60°C, más preferiblemente entre 15 y 50°C y lo más preferiblemente entre 20 y 40°C. Se da preferencia a una separación de fase centrífuga inmediatamente posterior, que es preferiblemente <10 minutos, más preferiblemente <7 minutos y lo más preferiblemente <5 minutos. Se prefiere además una separación por filtración.
- [0031]** En una realización preferida del proceso de la etapa b) los silicatos de capa se utilizan con un contenido de aluminio de >25% en peso para la adsorción de turbideces orgánicas hidratadas. La dosificación de los silicatos de acuerdo con la invención es preferiblemente <5% en peso, más preferiblemente <3% en peso y lo más preferiblemente <1% en peso. También se prefiere un tiempo de adsorción de 1 minuto a 12 horas, más preferiblemente entre 5 minutos y 8 horas, y lo más preferiblemente entre 30 minutos y 3 horas. La entrada de los compuestos de silicato se lleva a cabo preferiblemente agitando con un agitador de hélice con agitación suave de la fase lipídica hasta lograr una distribución muy homogénea. Ya que la duración requerida para esto puede variar naturalmente, la duración requerida debe ser determinada para este propósito. La duración del proceso de agitación se incluye en el período de adsorción y debe constituir <20% de esto. Los compuestos de silicato se separan preferiblemente inmediatamente después del tiempo de adsorción requerido. Esto se puede hacer por sedimentación, separación centrífuga o filtración. Se da preferencia a la filtración, los dispositivos y filtros requeridos para este propósito son conocidos por los expertos en la técnica.
- [0032]** En una realización adicional del método de acuerdo con la invención, tiene lugar una extracción de la turbidez orgánica hidratante de unión a agua de la matriz orgánica por su complejación.
- [0033]** Este objeto se logra mediante el suministro y la entrada de compuestos iónicamente presentes del grupo de los cationes del grupo de metales de transición, semimetales y metales.
- [0034]** En una realización preferida, tiene lugar una turbidez de extracción orgánica hidratada por formación de complejos con cationes del grupo de metales de transición, semimetales y metales.
- [0035]** La complejación se refiere a la formación de uno o más complejos o compuestos de coordinación. Por lo tanto, se pretende que sea una complejación de un vehículo orgánico de unión a agua hidratada, la unión de dicha turbidez a un metal o metal de transición como se describe en el presente documento, en forma de un compuesto de coordinación. En este caso, las interacciones intermoleculares que conducen a la complejación pueden deberse a

formas de energía de enlace físico-químico, como los enlaces de hidrógeno y las interacciones de van der Waals, o a una interacción química que conduce a un enlace covalente. El complejo resultante se puede separar de la fase orgánica ya sea por sí mismo o por agregación con otros complejos mediante una técnica de separación física, como un proceso de separación por centrifugación o por filtración.

[0036] De una manera especial una solución acuosa de cloruro de aluminio es adecuada para este propósito, que se añade a la turbidez de unión a agua hidratada que contiene fase lipídica refinada acuosa, por un proceso de mezcla, resultando en una formación de complejos o agregación, cuya separación se puede lograr fácilmente mediante una separación de fases espontánea, una sedimentación, una centrifugación o una filtración. Sin embargo, también es ventajoso proporcionar una solución acuosa en la que el calcio, el magnesio, el hierro, el cobre o el níquel están presentes en forma ionizada. Preferiblemente, están presentes los iones de aluminio o hierro (III).

Los contraiones son, en principio, libremente seleccionables, pero se prefieren las sales con sulfato, sulfuro, nitrato, fosfato, hidróxido, fluoruro, selenuro, telurio, arseniuro, bromuro, borato, oxalato, citrato, ascorbato. Se da preferencia muy particular a las sales con cloruro y sulfatos. Sin embargo, los aniones deben ser altamente hidrofílicos para que permanezcan en la fase acuosa. Las soluciones deberían consistir de otra manera de agua pobre en iones o libre de iones en la que los cationes utilizados preferiblemente estén presentes en una concentración molar entre 0,001 y 3, más preferiblemente una concentración molar de 0,1 a 2, y lo más preferiblemente entre 0,5 y 1 molar. El volumen de la solución acuosa utilizada es <10% en volumen, más preferiblemente <5% en volumen, y lo más preferiblemente <1,5% en volumen en relación con la fase lipídica prepurificada. La entrada se hace preferiblemente por vertido rápido. La mezcla con la fase lipídica se lleva a cabo preferiblemente con una hélice de rotación rápida o mezclador de espuma con una entrada de mezcla turbulenta. Sin embargo, también se pueden usar métodos de mezcla intensivos como se describen en el presente documento. Ya que la duración requerida para esto puede variar naturalmente, se debe determinar la duración requerida para esto. Se prefiere una mezcla de 1 a 60 minutos, más preferiblemente entre 5 y 45 minutos, y lo más preferiblemente entre 10 y 20 minutos. También se prefiere un tiempo de complejación de 1 minuto a 5 horas, más preferiblemente entre 5 minutos y 3 horas, y lo más preferiblemente entre 10 minutos y 1 hora.

La temperatura de la fase lipídica se establece preferiblemente en valores entre 10 y 60°C, más preferiblemente entre 15 y 50°C y lo más preferiblemente entre 20 y 40°C. Se da preferencia a una separación de fase centrífuga inmediatamente posterior, que tiene lugar preferiblemente durante una duración de <10 minutos, más preferiblemente <7 minutos y lo más preferiblemente <5 minutos. La separación de las fases también se puede lograr mediante la separación de fases sedimentativas o la filtración. Se prefiere además una separación con un separador.

[0037] Por lo tanto, la invención se refiere a un método en el que tiene lugar una técnica de separación sedimentativa centrífuga, filtrativa o de adsorción en el paso c).

[0038] En una realización adicional del método según la invención la separación se lleva a cabo de acuerdo con la etapa c) por una técnica de separación sedimentativa centrífuga, filtrativa o de adsorción o por centrifugación o filtración.

[0039] Las turbideces complejadas y separadas pueden separarse y cuantificarse de soluciones acuosas que contienen iones de metal alcalinotérreo o iones de metal mediante un filtro. En esta realización, la extracción y separación de turbideces orgánicas de unión al agua es posible sin prácticamente pérdida de triglicéridos.

[0040] En una realización preferida, tiene lugar la extracción y separación de la turbidez orgánica hidratada sin una pérdida de producto de una mezcla de triglicéridos.

[0041] Otro aspecto de la invención es que la adsorción y la complejación de turbideces orgánicas que se pueden separar junto con sus moléculas de agua unidas de la fase lipídica. Esto tiene la enorme ventaja de que, en un solo paso del proceso, las sustancias de turbidez hidratantes de unión al agua y el agua ligada se puede eliminar de una fase lipídica.

[0042] En una realización particular, el secado de una fase lipídica que contiene turbidez hidratable por adsorción y separación y/o formación de complejos y la separación de las turbiedades hidratables, junto con la fase de agua unida.

Se ha demostrado que las fases lipídicas tratadas de acuerdo con un proceso de refinado descrito en el presente documento y posteriormente tienen turbidez y un contenido de agua de más de 1,0% en peso, por los procesos de adsorción y separación o complejación de acuerdo con la invención y la separación de los opacificadores tuvo una apariencia clara o brillante. Esto se debe a una reducción en el contenido de humedad residual en las fases lipídicas refinadas, que se reduce en al menos >75% en peso, más preferiblemente en al menos >85% en peso, y lo más preferiblemente en al menos >95% en peso, en comparación con el valor de inicio previo a la incorporación de los agentes adsorbentes o complejantes. Además, la humedad residual se reduce preferiblemente a menos de 0,5% en peso, más preferiblemente a menos de 0,01% en peso, y lo más preferiblemente a menos de 0,008% en peso. Esto puede investigarse fácilmente mediante métodos de la técnica anterior, como el método de Karl Fischer. Dado que las fases lipídicas que se han tratado con un proceso de refinación acuosa de una etapa o de etapas múltiples se han utilizado con compuestos que contienen grupos de guanidina o grupos de amidina en al menos una de las

etapas del método, ya se ha logrado un agotamiento suficiente específico de producto de las sustancias que acompañan a la grasa. Puede ser después de una eliminación de la turbidez de unión al agua y así lograrse secando las fases lipídicas cuyo uso inmediato p. ej. como aceite comestible, como aceite cosmético, como aceite lubricante o hidráulico o como combustible posible. Lo que se puede lograr con el método de reducción de la

- Sin calentamiento ni carga al vacío de la fase lipídica.
- Tecnología de proceso simple con bajos costos de producción.
- Corto tiempo de tratamiento en condiciones de producto suave
- Obtención de un producto de uso inmediato.

[0043] Por lo tanto, la invención se refiere a un método para el secado rentable y de cuidado de producto de las fases lipídicas refinadas.

[0044] Por lo tanto, la invención se refiere a un método, en donde se obtiene una fase lipídica conforme a la etapa c) con menos de 0,5% en peso de contenido de agua.

[0045] Con la eliminación de las turbideces de unión a agua, se obtienen otras ventajas. Fue posible documentar que la capacidad de unión al agua de una fase lipídica, que se llevó a cabo por medio de un proceso de refinado acuoso descrito en el presente documento, en donde al menos una de las etapas del proceso se refinó con una solución que contiene un grupo de guanidina o compuestos sustituidos con amidino, mediante una la eliminación de contaminantes orgánicos que se unen al agua con uno de los métodos descritos en el presente documento se reduce significativamente con respecto a otros métodos utilizados después de tal refinamiento para secar las fases lipídicas.

[0046] Se refiere a la capacidad de absorber agua, descrita aquí como "capacidad de absorción activa de agua" o "capacidad de re-absorción de agua".

Por capacidad de absorción de agua se entiende aquí la capacidad de unir agua en una fase lipídica que puede efectuarse mediante un proceso de mezcla y dar como resultado la retención de agua en la fase lipídica. La capacidad de recuperación de agua se puede verificar mediante un procedimiento de entrada de agua. En estos métodos, el agua libre de iones se agita a una temperatura de 25°C en la fase lipídica a examinar. Se proporciona una fracción de volumen acuoso del 5% en volumen con respecto a la fase lipídica refinada y se agita con un mezclador agitado a una velocidad de 500 rpm durante 10 minutos. A esto le sigue la separación de la fase centrífuga a 6.000 rpm durante 10 minutos y las fases se separan entre sí.

El valor de la capacidad de reabsorción del agua es la diferencia entre el contenido de agua de una fase lipídica después de la entrada de agua y la fase lipídica antes de la entrada de agua. De acuerdo con la invención, se prefiere una capacidad de recaptación de agua de <40% en peso, más preferiblemente de <15% en peso, y lo más preferiblemente de <5% en peso.

[0047] Además, para la evaluación del método inventivo para el refinado de fases de lípidos, se comparó la capacidad de absorción de agua de las fases lipídicas no refinadas con las fases lipídicas refinadas. Preferiblemente, una diferencia de las dos fases lipídicas es >75%, más preferiblemente >85% y lo más preferiblemente >90%.

[0048] Este resultado se puede explicar por la eliminación efectiva de la turbidez de unión de agua de una fase lipídica, que ya no está disponible para una retención de agua en la fase lipídica purificada.

[0049] Por lo demás, la invención se refiere al uso de los métodos descritos en el presente documento para reducir la capacidad de recuperación de agua en una fase lipídica refinada y/o aceite para mejorar las propiedades de almacenamiento o la estabilidad a la oxidación de aceite vegetal.

[0050] Además de la reducción de los niveles de agua y la re-transferibilidad de agua, se mejora también la transparencia de las fases lipídicas por el proceso de adsorción y complejación de un modo particularmente ventajoso. De este modo, se obtienen fases lipídicas refinadas en las que están presentes compuestos orgánicos hidratables cuyo diámetro hidrodinámico en >90% es menor que 100 nm y <5% mayor que 200 nm, según lo determinado por un análisis de la dispersión de la luz en un límite de fase, p. ej. se obtiene el método DLS. Tales fases lipídicas son ópticamente brillantes.

[0051] Para facilitar el proceso para la adsorción y separación, así como la complejación y separación de la materia en suspensión orgánica y la obtención de una fase de aceite ópticamente brillante de retención de agua.

[0052] La eliminación de la turbidez de unión de agua con la consiguiente reducción de la capacidad de unión de agua de la fase lipídica obtenida causó efectos más altamente ventajosos. En un aspecto de la invención, esto se refiere a los efectos que pueden ocurrir al almacenar las fases lipídicas resultantes. Durante dicho almacenamiento, las fases lipídicas pueden entrar en contacto con las moléculas de agua. Solo para este contacto con el aire, en el que hay un contenido de agua, suficiente para permitir la entrada de moléculas de agua por moléculas orgánicas con

una buena capacidad de unión al agua. Además de la posible turbidez de la fase lipídica, pueden ocurrir otros efectos que son significativos para la estabilidad de almacenamiento. Aquí, los efectos desfavorables sobre la estabilidad oxidativa de una fase lipídica deben mencionarse en primer lugar.

En las fases lipídicas, y especialmente en los aceites de origen vegetal y animal, hay cantidades variables de compuestos orgánicos insaturados, la mayor parte de los cuales constituyen ácidos grasos insaturados. La exposición de estos compuestos al oxígeno atmosférico, el calentamiento, la radiación de alta energía (por ejemplo, la luz UV), el contacto con catalizadores como el hierro, el níquel, los radicales libres, las enzimas como las lipoxigenasas o un entorno básico pueden causar oxidación. Causa un doble enlace de un compuesto orgánico. Los radicales de oxígeno también son catalizados por compuestos orgánicos que se encuentran en una fase lipídica, como las clorofilas, la riboflavina o los iones metálicos y de metales pesados. Esto da lugar a hidroperóxidos de los compuestos orgánicos. Estos son químicamente inestables y se degradan a productos de oxidación secundarios. La descomposición conduce a radicales alcoxi libres. Como se indicó anteriormente, los productos de oxidación primarios generalmente no son estables y se degradan aún más a compuestos de óxidos secundarios, la determinación de la estabilidad a largo plazo de una fase lipídica, la determinación de estos productos de reacción tiene sentido. Para este propósito, es adecuada una reacción con para-anisidina, que reacciona con productos de oxidación secundarios tales como aldehídos y cetonas, que están presentes en una fase lipídica. El producto de reacción se puede detectar y cuantificar espectrométricamente (adsorción a 350 nm). En particular, los aldehídos insaturados, que a menudo son responsables de los malos olores en los aceites, se detectan por la reacción de p-anisidina. El valor de p-anisidina está estrechamente relacionado con el valor de peróxido medido en una fase lipídica, por lo que la presencia de peróxidos puede estimarse mediante el método de prueba de p-anisidina. El valor de peróxido indica el número de productos de oxidación primarios de una fase lipídica e indica la cantidad de miliequivalentes de oxígeno por kilogramo de aceite. Dado que hay un aumento mayor en los productos de oxidación secundaria en el curso, la determinación del valor de p-anisidina es más adecuada para determinar la estabilidad de almacenamiento.

[0053] Por lo tanto, los aceites que han sido refinados con un método de esta invención probados por su estabilidad durante el almacenamiento bajo diversas condiciones fueron el valor de anisidina se determinó de forma secuencial para la estimación de la estabilidad oxidativa. Sorprendentemente, en fases lipídicas que se habían refinado mediante los métodos de acuerdo con la invención, se obtuvo una reducción de los productos de oxidación en comparación con las fases lipídicas que se refinaron en agua y en las que se llevó a cabo un secado al vacío o un secado de la fase lipídica con otros compuestos. Esto sugiere que los productos de oxidación fueron extraídos y separados por el método de la invención. Esto es aún más probable, ya que en el curso a largo plazo de las fases lipídicas refinadas de acuerdo con la invención, estaba presente un contenido significativamente menor de productos de oxidación que en el caso de aceites que se habían tratado con otras sustancias o con secado al vacío. Esto también se puede asumir porque en un tratamiento de acabado en el que estaba presente una reducción no óptima de la turbidez por los compuestos de acuerdo con la invención, la estabilidad de almacenamiento tendió a ser peor que en un refinamiento en el que se logró una separación óptima de la turbidez.

La literatura científica ha demostrado que existe una estrecha correlación entre el desarrollo de productos de oxidación secundarios y la formación de sabores desagradables y descoloridos en una fase lipídica. De acuerdo con estos problemas teóricos que surgen de la eliminación de agentes suspensores orgánicos hidrófilos, se ha encontrado que los efectos encontrados en el proceso de refinación también afectan la estabilidad de almacenamiento en términos de reducción de sabores desagradables y desarrollo de colores apagados. En el transcurso del almacenamiento de las fases lipídicas, se desarrollaron significativamente menos lipoproteínas de mal sabor sobre las fases lipídicas que de otro modo habían sufrido el mismo tratamiento previo y, posteriormente, las fases lipídicas se secaron mediante otros métodos, como en pruebas sensoriales en fases lipídicas no refinadas y refinadas, almacenándose al menos 120. La formación de sabores extraños se correlacionó con la generación de productos de oxidación secundarios, que fueron significativamente menos desarrollados en los estudios a largo plazo de las fases lipídicas que se habían refinado.

Por lo tanto, el método de adsorción y separación o complejación y separación de suspensiones orgánicas que se unen al agua es particularmente adecuado para mejorar la estabilidad sensorial de almacenamiento de las fases lipídicas.

Por lo tanto, el método también está dirigido a obtener fases lipídicas estabilizadas sensorialmente.

[0054] La oxidación de los compuestos de fase de lípidos también promueve procesos corrosivos sobre los materiales que entran en contacto con una fase de tales lípidos (p. ej. sistema de tanque), por tanto, se comete un almacenamiento en condiciones de refrigeración, a la exclusión de irradiación de luz y bajo exclusión de aire.

[0055] Por lo tanto, se prefiere el método para la obtención de una fase lipídica de poca turbidez para reducir el daño oxidativo a los tanques y equipos técnicos.

[0056] Otro aspecto de la reducción de la capacidad de re-absorción de agua por una eliminación de turbideces de unión de agua se refiere a cambios radicales/oxidativos que pueden conducir a un color incorrecto. En las fases lipídicas que pueden liberarse de las suspensiones de unión al agua con el método de acuerdo con la invención, las fases lipídicas de origen biogénico tienen una proporción variable de colorantes. Estos son casi exclusivamente compuestos orgánicos que son completamente apolares (por ejemplo, carotenos) o que contienen solo unos pocos grupos polares, por ejemplo clorofilos. Por lo tanto, pasan muy fácilmente a la fase lipídica

obtenida o son eliminados por sus estructuras. Las clases de colorantes difieren considerablemente en sus propiedades químicas. Sin embargo, muchos de estos compuestos exhiben una reactividad química significativa o catalizan reacciones, especialmente en presencia de una fracción de agua en la fase lipídica o al exponerse a radiación ionizante (por ejemplo, luz UV). En particular, los procesos oxidativos pueden producir compuestos a través de una reacción de Maillard que conduce a un color falso y un sabor falso. Esto se refiere, p. ej. a la aparición de melanoidinas, que son polímeros de nitrógeno de aminoácidos y ácidos carboxílicos, y conducen a una apariencia del aceite de color marrón. Otro ejemplo son los tocoferoles, que, por ejemplo, pueden oxidarse durante un proceso de blanqueo (en particular en presencia de un ácido) y son precursores de pigmentos de color que se desarrollan en el transcurso del tiempo. La decoloración de un aceite refinado se llama "reversión de color", es particularmente notable en el aceite de maíz. Estos colorantes son en particular clorofilas y sus derivados y productos de degradación, tales como feofitina, pero también flavonoides, curcuminas, antrocianos, índigo, kaempferol y xantofilas, ligninas, melanoidinenos. De acuerdo con la mejora lograda en la estabilidad de almacenamiento con respecto al desarrollo de sabores desagradables, también mostró una estabilidad del color mejorada de los aceites, en la cual se eliminó la turbidez de retención de agua. En el transcurso de al menos 120 días no hubo o solo hubo un leve desarrollo de un defecto de color (reducción de color).

[0057] Por lo tanto, el método también se dirige a la mejora de la estabilidad del color en el almacenamiento de fases lipídicas refinadas acuosas en las que ha tenido lugar una eliminación de turbideces fijadoras de agua por adsorción y separación o la formación de complejos y su separación. La invención está dirigida a obtener una fase lipídica que tiene una alta estabilidad de color durante el almacenamiento.

[0058] La presente invención está por tanto dirigida a un refino acuoso en una eliminación prácticamente completa de la materia en suspensión orgánica de unión a agua de una fase lipídica. Como lo demuestran la enseñanza técnica y los ejemplos en este documento, la capacidad de reabsorción de agua de una fase lipídica después de un refinamiento y refinamiento de la fase lipídica llevada a cabo de acuerdo con la invención es tan baja que también aumenta la estabilidad de almacenamiento.

[0059] En una realización particularmente preferida, tiene lugar la adición de los medios de adsorción descritos aquí o la puesta en contacto de uno o más medios de adsorción con las fases lipídicas, en donde los medios de adsorción existen en una forma enlazada o complejada, es decir, no como polvo o microcristalina. En este caso, se utiliza un adsorbente en la etapa b), que se inmoviliza en un tejido o una textura o se une o puede formar los mismos. En este caso, "inmovilizado" significa la aplicación del agente de adsorción a la superficie. Por "tela" se entiende una disposición unidimensional o multidimensional de hilo y/o material de tira que está enlazado o conectado entre sí, de modo que de este modo se produce un compuesto de estructura plana o espacial (textura). Una textura de los materiales mencionados anteriormente crea brechas que pueden ser permeables a líquidos y/o partículas. Los materiales formadores de textura pueden ser de origen natural (por ejemplo, de origen vegetal o animal, tales como fibras de algodón o lana de oveja) o de origen sintético (por ejemplo, PP, PET PU, etc.). Si es necesario, las superficies de los materiales de textura deben modificarse químicamente para inmovilizar los adsorbentes de acuerdo con la invención. La inmovilización puede ser física, físico-química o química. Los procedimientos para esto son conocidos por el experto en la materia.

[0060] Una realización preferida adicional es la provisión de compuestos de celulosa unidos o inmovilizados. Esto puede ser, p. ej., en forma de un material de textura compleja, una estructura de placa o capa, p. ej., como una placa o placa de filtro o cartucho de filtro. En principio, es posible una separación por adsorción por silicatos inmóviles como se describe aquí.

En una realización preferida, la fase lipídica se realiza más allá o a través de los compuestos de adsorción con las sustancias de turbidez orgánica que se unen con agua hidratada. Esto se puede hacer agregando la textura/tejido a la fase lipídica y agitando la textura/tejido o la fase lipídica para poner en contacto la fase lipídica con la textura/tejido para adsorber las turbideces. La materia turbia adsorbida puede separarse de la fase lipídica mediante la eliminación de la textura/tejido. En otra realización, la fase lipídica se hace a través de la textura/tejido que es permeable a la fase lipídica y fluye a través de ella. Si la fase lipídica se obtiene después de fluir a través de la textura/el tejido como un producto refinado, la adsorción y la separación de la materia turbia tienen lugar en una operación. Para aumentar la eficiencia de tal aplicación, puede ser deseable dirigir en serie la fase lipídica a través de múltiples capas de la textura/tejido.

En otra realización preferida, la textura consiste en un empaquetamiento de materiales adsorbentes a través de los cuales se pasa la fase lipídica que contiene opacificante. Esta es una realización preferida en el uso de compuestos de celulosa, ya que esto permite, dependiendo del tamaño y la geometría del polímero, incluso con un empaquetamiento denso de las partículas, un flujo a través de una fase lipídica.

[0061] En una realización preferida adicional, se utilizan agentes complejantes en la etapa de método b), que se inmoviliza o se une sobre una tela o textura. En este caso, "inmovilizado" significa la aplicación del agente complejante a la superficie. Los materiales que se pueden usar, así como su textura y material compuesto estructural, se pueden fabricar con materiales y telas idénticos a los de los materiales y telas descritos anteriormente para su uso con adsorbentes. Esto también se aplica al uso de estos materiales con agentes complejantes

inmovilizados. Se da preferencia a las micro o nanopartículas que tienen una gran superficie interna, tales como zeolitas o geles de sílice, que están cargados con los agentes complejantes y se proporcionan en forma de un relleno de las partículas. Al pasar la fase lipídica refinada con turbidez hidratada, se complejan con el agente complejante inmovilizado, separándolos así de la fase lipídica.

[0062] La invención se refiere a un método, en el que el adsorbente y/o el agente complejante de la etapa b) se inmoviliza en un tejido o en una textura o se une, donde son adecuados el tejido o la textura para la formación de complejos y/o adsorción y/o filtración de la fase lipídica turbia.

[0063] En una realización preferida adicional, la presente invención ha hecho ya conocido el uso de soluciones que contienen agentes formadores de complejos y llevados a la invención para la aplicación de medios de adsorción que han de ser reutilizados. En la aplicación práctica, se ha encontrado que en las fases acuosas que contienen los agentes complejantes disueltos, las turbideces complejadas y separadas están presentes en forma de partículas.

Estos agregados visibles macroscópicamente flotaron en la fase acuosa y podrían separarse completamente de la fase acuosa, que de otro modo sería clara, por filtración (tamaño del tamiz 2 μm). Microscópicamente, las estructuras de cristal eran reconocibles. No se ha realizado una digestión de los agregados con el propósito de analizar los compuestos contenidos en este documento. Se ha encontrado que la reutilización de la fase acuosa purificada por filtración, que además contiene agentes complejantes, cuando se usa de nuevo da como resultado una reducción de la turbidez orgánica hidratada, como fue el caso en la primera aplicación.

[0064] Otro aspecto del proceso se refiere a la pérdida de producto mínima o ausente de la fase lipídica purificada. Las fases acuosas utilizadas de acuerdo con la invención con agentes complejantes disueltos en ellas fueron levemente turbias a brillantes después de la separación centrífuga de la fase lipídica y, aparte de los agregados descritos anteriormente, no tenían sólidos, y en ningún caso formaron una emulsión. La fase oleosa siempre ha tenido un límite de fase definida, por lo que los separadores son muy adecuados y preferidos para separar la fase acuosa que contiene el agente complejante disuelto. La separación de la turbidez orgánica complejada se podría lograr sin pérdida de producto.

Los adsorbentes investigados, que se mezclaron en las fases lipídicas, podrían separarse en masas compactas después de la adsorción de sustancias orgánicas turbias por medio de centrifugadoras y decantadores. El análisis de los compuestos de triglicéridos en el presente documento mostró que estos se llevan a cabo solo en un grado muy pequeño con la masa adsorbente separada. La pérdida de producto equivale a $<0,2\%$ en peso en función de la masa de la fase lipídica.

[0065] Preferiblemente, la adsorción y la separación y/o formación de complejos y la separación de turbideces orgánicas hidratadas con poca o ninguna pérdida de producto y el secado de las fases lipídicas con poca pérdida de producto o sin pérdida de producto.

[0066] Otro aspecto del método se dirige a los materiales de aprovechamiento de turbideces orgánicas separadas y la reutilización de los agentes de adsorción y complejantes empleados en esta invención. Se ha demostrado que las sustancias orgánicas turbias separadas con los adsorbentes pueden separarse de nuevo de los adsorbentes. Esto se puede hacer con disolventes polares y no polares conocidos en la técnica. Dado que las sustancias orgánicas de turbidez pueden ser diferentes compuestos o clases de compuestos, la selección de un disolvente o mezcla de disolventes adecuada debe basarse en ellos. También puede ser apropiado llevar a cabo un desprendimiento secuencial de la turbidez orgánica adsorbida. Por lo tanto, se ha demostrado que al principio, una distancia de las grasas neutras descargadas por un disolvente apolar de este tipo, p. ej. n-hexano se lleva a cabo en una etapa de lavado adicional con un disolvente polar, p. ej. mentol, los compuestos como los fosfolípidos se pueden separar y fraccionar. Otros ejemplos son extracciones, que se realizan con acetato de etilo, en las que se obtuvieron tintes amarillos o con cloroformo, en esta fase orgánica, entre otras, se encontraron clorofilas. Nuevamente, se pudieron recuperar otras fracciones con éter dietílico y alcoholes, con compuestos orgánicos como la vitamina A, tocoferol, glicósidos de estireno, escualeno y gliceroglicolípidos. En algunos experimentos, sin embargo, se extrajeron cantidades relevantes de ácidos grasos libres, así como ácidos de cera y ceras. Este fue particularmente el caso cuando en el presente, después de una fase de aceite de refinación acuosa con turbidez orgánica hidratada, todavía estaba presente una proporción relativamente alta de ácidos grasos libres ($>0,2\%$ en peso).

De acuerdo con la invención, se utiliza un adsorbente separado, que es adecuado con al menos un disolvente no polar y al menos un disolvente polar en una cantidad de disolvente que es adecuado para la absorción completa de turbideces orgánicas removibles o con grasas neutras descargadas, y luego se utilizan métodos conocidos, primero filtración, sedimentación o mediante un proceso de separación centrífuga, obtenido como una fracción y luego devuelto por proceso de secado en forma de polvo. Se podría demostrar que en un uso renovado, p. ej., con hidroxietilcelulosa y caolín en fases lipídicas con turbideces orgánicas hidratadas, de la misma manera que en el primer uso del adsorbente, las fases lipídicas se purifican de la turbidez. Por lo tanto, existen métodos para la separación y el fraccionamiento de los procesos de purificación orgánicos separados para los adsorbentes utilizados en la invención, que permiten un uso renovado del adsorbente de acuerdo con la invención. De este modo, por un lado, los compuestos orgánicos separados pueden recuperarse y alimentarse para un uso adicional y, por otro lado, los adsorbentes pueden reutilizarse. Esto hace que el proceso sea particularmente atractivo económicamente, y ahorra recursos.

[0067] Una forma de realización especialmente preferida consiste en la separación y recuperación de materia orgánica por adsorción separada suspendida.

Se prefiere proporcionar adsorbentes purificados y soluciones que contengan agentes complejantes. La preferencia es también el uso de turbidez orgánica separada.

[0068] También se prefiere la recuperación de grasas neutras, que se realizaron por el agente y/o adsorción de complejos.

Métodos

Proceso para la preparación de una emulsión acuosa según la etapa a) del proceso:

[0069] En una realización de la presente invención, antes de la refinación de una fase lipídica con una solución que contiene guanidina y/o compuestos portadores de grupos de amidina, se realizará una purificación preliminar de la fase lipídica mediante la adición de agua o una solución acuosa que tiene un pH preferiblemente de 7,0 a 14, más preferiblemente de 9,5 a 13,5 y lo más preferiblemente de 11,5 a 13,0, y después de la mezcla con la fase lipídica, una fase lipídica pre-limpiada preferiblemente por una separación de fases centrífuga. En otra realización, la solución acuosa para el tratamiento previo contiene una base que se selecciona preferiblemente de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de amonio, carbonato de sodio, hidrógeno carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, carbonato de potasio y carbonato de hidrógeno de potasio, metasilicato de sodio, borato de sodio.

En una realización adicional, la purificación previa de la fase lipídica se lleva a cabo de forma análoga como la limpieza previa básica con un ácido en forma concentrada o por medio de una solución acuosa de un ácido. La purificación previa se lleva a cabo mediante un ácido no diluido o una solución acuosa que contiene un ácido que tiene un pH de entre 1,0 y 5, más preferiblemente entre 1,7 y 4, y más preferiblemente entre 3 y 3,5 de la fase lipídica. se agrega y después de la separación de fases, la fase acuosa (pesada) se separa. Para ajustar el pH, se prefieren los ácidos, y particularmente se prefiere un ácido seleccionado entre ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido cítrico y ácido oxálico.

Las concentraciones adecuadas y la proporción de mezcla de las fases acuosas que se pueden usar para la purificación previa con la fase oleosa son, en principio, libremente seleccionables y fáciles de descubrir por un experto en la materia. Preferiblemente, las concentraciones de las soluciones básicas están entre 0,1 a 3 moles, más preferiblemente entre 0,5 y 2 moles, y lo más preferiblemente entre 0,8 y 1,5 moles. La relación de volumen entre la fase de agua básica y la fase de aceite debe estar preferiblemente entre el 0,3 y el 5% en volumen, más preferiblemente entre el 0,3 y el 4% en volumen, y lo más preferiblemente entre el 1,5 y el 3% en volumen.

Los ácidos se pueden agregar puros o como una solución ácida acuosa a la fase lipídica. El ácido no diluido se añade preferiblemente en una relación en volumen de 0,1 a 2,0% en volumen, más preferiblemente entre 0,2 y 1,0% en volumen, y lo más preferiblemente entre 0,3 y 1,0% en volumen. La solución ácida acuosa se agrega preferiblemente en una relación de volumen de 0,5 a 5% en volumen, más preferiblemente de 0,8 a 2,5% en volumen, y lo más preferiblemente de 1,0 a 2,0% en volumen.

La entrada de las soluciones básicas y ácidas para la limpieza previa se puede realizar de forma continua o por lotes y la mezcla de las dos fases con agitadores de la técnica anterior o con un mezclador intensivo (p. ej. homogeneizadores rotor-estator) se llevan a cabo, siempre que esto no acabe en una emulsión que ya no es separable por el método físico. El objetivo de la pre-limpieza es eliminar las sustancias mucilaginosas fácilmente hidratables de la fase lipídica.

El tiempo de exposición para aplicaciones en un proceso por lotes es de entre 1 a 30 minutos, más preferiblemente entre 4 y 25 minutos y más preferiblemente entre 5 y 10 minutos. Cuando se aplica una mezcla a fondo continua (el llamado método en línea), el tiempo de residencia en el mezclador es de entre 0,5 segundos a 5 minutos, más preferiblemente entre 1 segundo y 1 minuto, y más preferiblemente entre 1,5 segundos a 20 segundos. Las temperaturas preferidas que deben tener la fase lipídica y la fase acuosa mixta añadida para una mezcla intensiva es de entre 15° y 45°C, más preferiblemente entre 20° y 35°C, y más preferiblemente entre 25° y 30°C. La separación de la fase acuosa de la emulsión puede llevarse a cabo por el método de separación centrífuga, preferiblemente, se prefiere el uso de centrifugas, separadores y decantadores. Aquí, la duración de una separación centrífuga en función de los parámetros específicos del producto (contenido de agua, viscosidad, etc.) y el método de separación utilizado y, por lo tanto, debe determinarse individualmente. Preferiblemente, se ha de realizar una centrifugación durante 2 a 15 minutos, y más preferiblemente durante 8 a 12 minutos. La estancia en un separador o decantador es preferiblemente de 2 a 60 segundos, más preferiblemente 10 a 30 segundos. La aceleración centrífuga es preferiblemente de 2.000 a 12.000 × g, y más preferiblemente es una aceleración centrífuga de 4.000 a 10.000 g. La temperatura durante la separación de fases debe ser preferiblemente entre 15 y 60°C, más preferiblemente entre 20 y 45°C, y más preferiblemente entre 25 y 35°C.

[0070] La eficacia de la purificación previa se puede determinar mediante la determinación del contenido de fósforo y la cantidad de mucílagos presentes en la fase lipídica a ser refinada. Son adecuadas fases lipídicas que contienen menos de 100 ppm de fósforo y menos de 0,5% en peso de compuestos orgánicos insaponificables. Sin embargo, las fases lipídicas, que están por encima de estas cifras clave, también se refinan con soluciones que contienen guanidina y/o compuestos que contienen grupo amidina. A condición de que la necesidad de una limpieza previa es la selección de un procedimiento acuoso de desgomado, es decir, un tratamiento con un ácido (puro o como una solución acuosa) o un álcali, en principio, libremente seleccionable, de manera que las diferentes formas de

rendimiento producen: I. tratamiento único ácido, II. tratamiento de base única, III. único tratamiento ácido después de tratamiento base, IV. tratamiento de primera base, a continuación, tratamiento con ácido, V. tratamiento ácido repetido, VI. tratamiento base repetido. La selección del procedimiento apropiado y rentable puede ser realizada por un problema profesional. De la experiencia práctica, se ha demostrado, sin embargo, que si se requiere una pre-limpieza, la aplicación inicial de un tratamiento ácido acuoso seguido, si sigue siendo necesario, de un tratamiento con una base acuosa, es la forma de realización más preferida.

Sin embargo, la enseñanza técnica aquí también muestra que el proceso de separación según la invención de turbideces orgánicas que se unen al agua de la fase lipídica biogénica depende en gran medida de si la fase lipídica se libera primero de fracciones orgánicas e inorgánicas y corpusculares hidratables por medio de pasos de extracción acuosos para producir una hidratación de turbideces orgánicas lipófilas de unión al agua. Se ha encontrado que el número y la disposición de los pasos de refinación son, en principio, irrelevantes, siempre que se utilice un compuesto neutro a básico en el último paso de refinación. Es particularmente ventajoso si este compuesto básico contiene uno o más grupos de guanidina y/o amidina. Por lo tanto, un proceso de refinado acuoso con una solución acuosa que contiene compuestos que contienen un grupo de guanidina o amidina es una característica esencial para proporcionar una forma hidratada de turbideces de unión al agua. En esta forma hidratada, las turbideces lipofílicas orgánicas que se unen al agua se pueden adherir de una manera altamente ventajosa o complejada, sin co-eliminación relevante de componentes lipídicos apolares, y especialmente no triglicéridos.

[0071] a) Las fases lipídicas adecuadas para su uso en el paso de procedimiento tienen al menos una etapa de proceso de refinado acuoso con una solución alcalina a través de una separación final de fase, realizándose preferiblemente por una técnica de separación centrífuga. En principio, el intervalo de tiempo entre la refinación y la aplicación del método de acuerdo con la invención no desempeña ningún papel. Es preferible que esto ocurra inmediatamente después de la refinación. La humedad residual presente en la fase lipídica es en principio insignificante, pero una mejor hidratación de la turbidez orgánica de unión al agua requiere una mejor capacidad de extracción de la misma. Preferiblemente, los contenidos de agua residual entre 10,0 y 0,001% en peso, más preferiblemente entre 5,0 y 1,0% en peso, y lo más preferiblemente entre 2,0 y 1,2% en peso. El pH presente en la fase lipídica debe estar preferiblemente entre 6 y 14, más preferiblemente entre 8 y 13, y lo más preferiblemente entre 8,5 y 12,5. En principio, la temperatura de la fase lipídica se puede seleccionar libremente, en el caso de las fases lipídicas viscosas, puede ser necesario calentar esta última para que fluya más libremente y para mejorar la capacidad de los agentes complejantes o adsorbentes que se incorporarán.

Procedimientos para el control de procesos y supervisión:

[0072] La selección de un medio de adherencia o agente complejante es básicamente arbitraria. Sin embargo, se ha de determinar individualmente el complejante o adsorbente más adecuado. En algunas aplicaciones, puede ser ventajoso usar adsorbentes, ya que estos, por ejemplo, tienen una aprobación para su uso como alimento. Además, la eficacia de los agentes de adsorción y complejación de acuerdo con la invención puede variar en diferentes fases lipídicas. Si se prefiere la descarga más suave posible de la turbidez hidratada, nuevamente puede ser ventajoso usar adsorbentes, que luego se purifican adicionalmente. Por el contrario, para excluir en gran medida la descarga de un producto, las soluciones con agentes complejantes son ventajosas.

Los agentes complejantes se disuelven en forma disociada en un agua preferiblemente pobre en iones o de otro modo libre de iones. Los agentes complejantes se usan preferiblemente individualmente en forma de sal. Pero también hay combinaciones de compuestos posibles. Los ratios cuantitativos y de concentración son libremente seleccionables. La aplicación de las soluciones con agentes complejantes contenidos en el presente documento puede llevarse a cabo de forma continua o en forma de una sola adición. Preferiblemente es una aplicación automatizada. El proceso puede llevarse a cabo como un proceso por lotes o proceso en línea. En un proceso en línea, preferiblemente tiene lugar una mezcla continua, preferiblemente con un mezclador intensivo. La mezcla de reacción se puede transportar a través de un sistema de tuberías o en un depósito durante el tiempo de reacción requerido. En un proceso por lotes permanece la solución de reacción y el recipiente del reactor correspondiente. Las concentraciones mencionadas anteriormente, las relaciones de volumen, las temperaturas deben observarse preferiblemente. La mezcla en un reactor por lotes debe ser como se describe anteriormente. Los adsorbentes se añaden preferiblemente en forma de polvo a la fase lipídica. Esto se puede hacer en forma de una adición por única vez o en forma de adiciones fraccionadas o continuas. Preferiblemente es un proceso de dosificación automatizado. La mezcla se puede llevar a cabo como se describe para el agente complejante, pero se da preferencia a la agitación con mezcla turbulenta. Además, se prefieren procedimientos de reacción en lotes.

[0073] Puede determinarse fácilmente una cantidad de volumen a una concentración dada de medio de complejación o medio de adsorción y la duración mínima para lograr la formación del complejo o adhesión suficiente de la hidratación (p. ej. procedimiento experimental según ejemplo 6. Este puede determinarse como modelo de un pequeño volumen de una fase lipídica refinada, en donde el volumen y las proporciones de concentración y la duración determinada se pueden transferir fácilmente a los enfoques de gran escala. Se comprueba la especificación del producto requerida tomando una muestra (por ejemplo, 100 ml) cuando se utiliza una centrífuga (4.000 rpm, 5 minutos), se produce una separación de fases. La fracción de aceite sobrenadante entonces puede ser examinada por el contenido de agua. La reducción necesaria de la turbidez de retención de agua se produce cuando el contenido de humedad en el presente documento residual contenía al menos >75 % en peso, más preferiblemente se reduce preferiblemente en al menos >85% en peso, y lo más al menos >95% en peso, en

comparación con la línea de base que existía antes de la introducción del agente de adsorción o complejante. A partir de entonces, la humedad residual preferentemente se bajó más preferiblemente a menos del 0,5% en peso, a menos de 0,01% en peso, y lo más preferiblemente a menos del 0,008% en peso. Esto puede ser fácilmente ensayado por métodos de la técnica anterior, tales como el método de Karl Fischer. Otra especificación de producto representa la capacidad de recuperación para el agua de la fracción de aceite obtenido. Esto puede ser investigado por agitación en agua libre de iones, a una temperatura de 25°C. En este caso, una fracción de volumen acuosa de 5% en volumen se proporciona en oposición a la fase lipídica refinada y se agitó con un mezclador de paletas a una velocidad de 500 rpm durante 10 minutos. Esto es seguido por separación centrífuga a 6.000 rpm durante 10 minutos. La especificación de producto se consigue cuando la capacidad de re-adsorción de agua de la fase lipídica en comparación con la fase lipídica no injertada se reduce en >75%.

[0074] Además, existe una especificación de producto suficiente, cuando solamente los compuestos están presentes en la fase lipídica, cuyas partículas contenidas en >90% de toda la presente memoria menor que 100 nm y el diámetro hidrodinámico <5% es mayor que 200 nm, determinado por un análisis de dispersión de la luz en un límite de fases, p. ej. se obtiene el método DLS. Tales fases lipídicas son ópticamente brillantes.

Un requisito mínimo para llevar a cabo una complejación de acuerdo con la invención y la separación o adsorción y separación de la turbidez hidratada se da si está presente al menos una de las especificaciones de producto mencionadas anteriormente.

[0075] Un caso especial y una realización preferida de la extracción de acuerdo con la invención y la posterior separación de la turbidez, representa una combinación de una extracción y una separación de la turbidez, como se describe en este documento. Este caso especial se da cuando uno o más medios de adsorción y/o agentes complejantes está/están inmovilizado(s) en/sobre un material portador. Si dichos materiales portadores cargados se agregan a una fase lipídica que contiene turbideces hidratadas y/o tales fases lipídicas pasan a través del material portador cargado, que preferiblemente debe tener una estructura porosa o de malla, entonces es posible que la extracción de las turbideces hidratadas por adsorción o complejación tenga lugar directamente en el medio de separación, que luego se puede eliminar fácilmente de la fase lipídica.

Método de separación, método para llevar a cabo la etapa c) del método:

[0076] El término "separación de fases centrífugas" tal como se utiliza aquí se refiere a una separación de fases mediante la utilización de una aceleración centrífuga. En particular, comprende procesos conocidos por los expertos en la técnica, tales como el uso de centrifugadoras y, preferiblemente, separadores. Los procesos de separación son adecuados tanto para la separación de fases en las etapas de refinado acuoso descritas en el presente documento como para la separación de los agentes de adsorción o complejación reivindicados en el presente documento. Otro proceso de separación centrífuga es proporcionado por decantadores.

Dado que las mezclas de lípidos que se han tratado con una fase acuosa o con una adsorción o un agente complejante son en principio dos fases de diferente densidad, en principio también es posible una separación de fases por sedimentación. La práctica muestra que los compuestos orgánicos que se van a separar, que se han convertido en una fase acuosa o se agregan o forman complejos como turbidez, en su mayor parte no se pueden separar espontáneamente, de modo que la eficiencia y la velocidad de la separación aumentan mediante fuerzas de tracción y compresión. Esto es fácilmente posible de acuerdo con la técnica anterior por medio de una centrífuga simple o un separador adecuado para este propósito. Una presurización o presión negativa es posible. Los separadores son sistemas en los cuales se configuran las fuerzas de tensión apropiadas o placas iguales o no uniformes, además de una acumulación de presión simultánea. La ventaja de usar separadores es que se puede llevar a cabo una separación de fase continua con ellos. Por lo tanto, una realización particularmente preferida para la separación de fases de las fases lipídicas es llevar a cabo la separación de fases con un separador de separación.

Para la separación de fases preferida por un separador se utilizan son preferentemente sistemas con un rendimiento de más de 3 m³/h, más preferiblemente >100 m³/h, y lo más preferiblemente >400 m³/h. La separación de las fases lipídicas refinadas acuosas puede tener lugar, en principio inmediatamente después de la finalización de una entrada de mezcla o mezcla intensiva. Por otro lado, si esto requiere el flujo del proceso, se recoge primero la mezcla de lípidos refinados acuosos en un tanque de almacenamiento para su separación. La duración de almacenamiento depende únicamente de la estabilidad química de los compuestos presentes en la fase lipídica y las condiciones del proceso. Preferiblemente, la separación de fases es inmediatamente después de una entrada de mezcla intensiva.

La temperatura de la mezcla lipídica a separar puede corresponder en principio a la que se ha elegido para la preparación. Sin embargo, también puede ser ventajoso variar la temperatura y elegir una temperatura más alta cuando p. ej. de este modo, se incrementa el efecto de la herramienta de separación, o una menor, p. ej., si esto aumenta la eficiencia de extracción. En general, se prefiere un rango de temperatura entre 15°C y 50°C, más preferiblemente de 18°C a 40°C, y lo más preferiblemente entre 25°C y 35°C.

El tiempo de estancia en un separador o centrifugadora de separación depende esencialmente de las propiedades específicas del aparato. En general, el tiempo de estancia más bajo posible en un dispositivo de separación se prefiere para una ejecución económica, tal tiempo de estancia preferido para un separador de separación es <10 minutos, más preferiblemente <5 minutos y más preferiblemente <2 minutos. Para las centrifugadoras, un tiempo de estancia preferido es <15 minutos, más preferiblemente <10 minutos, y lo más preferiblemente <8 minutos. La

selección de la aceleración centrífuga depende de la diferencia de densidad de las dos fases a separar y se debe determinar individualmente. Preferiblemente, las fuerzas de aceleración están entre 1.000 g y 15.000 g, más preferiblemente entre 2.000 g y 12.000 g, y lo más preferiblemente entre 3.000 g y 10.000 g.

[0077] El contenido de agua de una fase lipídica (también referido como un aceite de humedad) se puede determinar por diversos métodos bien establecidos. Además de otros métodos, p.ej. la espectroscopia IR, el método de valoración Karl Fischer según DIN 51777 se realiza como un método de referencia. Con este proceso electroquímico, en el cual el consumo de agua presente en la fase lipídica requerida para la conversión química de yodo a yoduro se determina mediante un cambio de color, también se puede determinar un contenido mínimo de agua de hasta 10 µg/l (0,001 mg/kg),

Absorción de agua de una fase lipídica refinada y método de prueba.

[0078] Por capacidad de absorción de agua se entiende en este documento la capacidad de unir agua en una fase lipídica que puede efectuarse mediante un proceso de mezcla y dar como resultado la retención de agua en la fase lipídica. Esto puede comprobarse agitando agua libre de iones a una temperatura de 25°C proporcionando una fracción de volumen acuoso de 5% en volumen a la fase lipídica y agitando con un agitador a una velocidad de 500 rpm durante 10 minutos. A esto le sigue una separación centrífuga a 3.000 g durante 10 minutos.

El valor de la capacidad de reabsorción del agua es la diferencia entre el contenido de agua de una fase lipídica después de la entrada de agua y la fase lipídica antes de la entrada de agua. De acuerdo con la invención, se prefiere una capacidad de recaptación de agua de <40% en peso, más preferiblemente de <15% en peso, y lo más preferiblemente de <5% en peso. Además, se comparó la capacidad de recaptación de agua de la fase lipídica no refinada con la fase lipídica refinada para la evaluación del proceso de refinación de la fase lipídica de la invención. Preferiblemente, una diferencia de las dos fases lipídicas es >75%, más preferiblemente >85% y lo más preferiblemente >90%.

El contenido de agua se determinó mediante el mismo método de medición descrito aquí.

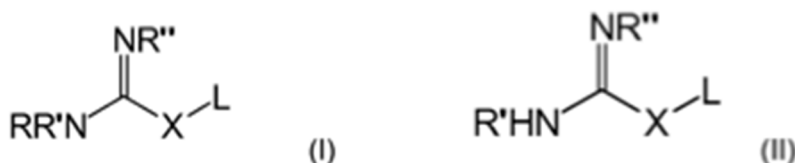
[0079] La extracción acuosa por guanidina y/o compuestos de grupos portadores de amidina. El término guanidina y/o grupos portadores de amidina se usa de manera sinónima en este documento con el término guanidina y/o compuestos de amidina.

Los compuestos adecuados son aquellos que tienen al menos un grupo de guanidina (también llamados compuestos de guanidina) y/o que tienen al menos un grupo de amidino (también llamados compuestos de amidino). El grupo de guanidina es el radical químico $\text{H}_2\text{N}-\text{C}(\text{NH})-\text{NH}-$ y sus formas cíclicas, y el grupo de amidino es el radical químico $\text{H}_2\text{N}-\text{C}(\text{NH})-$ y sus formas cíclicas (ver ejemplos a continuación). Se prefieren compuestos de guanidina que, además del grupo de guanidina, tienen al menos un grupo carboxilato ($-\text{COOH}$). Además, se prefiere que los grupos carboxilato se separen del grupo de guanidina en la molécula por al menos un átomo de carbono. También se prefieren los compuestos de amidino que, además del grupo de amidino, tienen al menos un grupo carboxilato ($-\text{COOH}$). Además, se prefiere que el (los) grupo(s) carboxilato(s) estén separados por al menos un átomo de carbono del grupo de amidino en la molécula.

Estos compuestos de guanidina y compuestos de amidino tienen preferiblemente un coeficiente de distribución K_{OW} entre n-octanol y agua de menos de 6,3 ($K_{\text{OW}} < 6,3$).

Particularmente preferida es la arginina, que puede estar presente en la configuración D o L o como un racemato. Más preferidos son los derivados de arginina. Los derivados de arginina se definen como compuestos que tienen un grupo de guanidina y un grupo carboxilato o un grupo de amidino y un grupo carboxilato, en donde el grupo de guanidina y el grupo carboxilato o el grupo de amidino y el grupo carboxilato están separados por al menos un átomo de carbono, es decir, al menos uno de los siguientes grupos existe entre el grupo de guanidina o grupo de amidino y el grupo carboxilato es $-\text{CH}_2-$, $-\text{CHR}-$, $-\text{CRR}'-$, donde R y R' representan independientemente residuos químicos. Por supuesto, la distancia entre el grupo de guanidina y el grupo carboxilato o el grupo de amidino y el grupo carboxilato también puede ser más de un átomo de carbono, por ejemplo en los siguientes grupos: $(\text{CH}_2)_n-$, $-(\text{CHR})_n-$, $-(\text{CRR}')_n-$, con $n = 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8$ o 9, como es el caso del ácido amidinopropiónico, ácido amidinobutírico, ácido guanidinopropiónico o ácido guanidinabutírico. Los compuestos que tienen más de un grupo de guanidina y más de un grupo carboxilato son, por ejemplo, oligoarginina y poliarginina.

Los derivados de arginina preferidos son compuestos de la siguiente fórmula general (I) o (II)



en donde

R', R'', R''' y R'''' independientemente uno del otro son: -H, -OH, $-\text{CH}=\text{CH}_2$, $-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2$, $-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$, -

CH=CH-CH₃, -C₂H₄-CH=CH₂, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -CH(CH₃)₂, -C₄H₉, -CH₂-CH(CH₃)₂, -CH(CH₃)-C₂H₅, -C(CH₃)₃, -C₅H₁₁, -CH(CH₃)-C₃H₇, -CH₂-CH(CH₃)-C₂H₅, -CH(CH₃)-CH(CH₃)₂, -C(CH₃)₂-C₂H₅, -CH₂-C(CH₃)₃, -CH(C₂H₅)₂, -C₂H₄-CH(CH₃)₂, -C₆H₁₃, -C₇H₁₅, ciclo-C₃H₅, ciclo-C₄H₇, ciclo-C₅H₉, ciclo-C₆H₁₁, -PO₃H₂, -PO₃H⁻, -PO₃²⁻, -NO₂, -C≡CH, -C≡C-CH₃, -CH₂-C≡CH, -C₂H₄-C≡CH, -CH₂-C≡C-CH₃, o R' y R'' juntos forman uno de los siguientes grupos: -CH₂-CH₂-, -CO-CH₂-, -CH₂-CO-, -CH=CH-, -CO-CH=CH-, -CH=CH-CO-, -CO-CH₂-CH₂-, -CH₂-CH₂-CO-, -CH₂-CO-CH₂- o -CH₂-CH₂-CH₂-;

X es -NH-, -NR''', -O-, -S-, -CH₂-, -C₂H₄-, -C₃H₆-, -C₄H₈- o -C₅H₁₀- o representa una cadena de carbono C₁ a C₅ que puede estar sustituida por uno o más de los siguientes radicales: -F, -Cl, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NH₂, -NHCH₃, -NH(C₂H₅), -N(CH₃)₂, -N(C₂H₅)₂, -SH, -NO₂, -PO₃H₂, -PO₃H⁻, -PO₃²⁻, -CH₃, -C₂H₅, -CH=CH₂, -C≡CH, -COOH, -COOCH₃, -COO₂H₅, -COCH₃, -CO₂H₅, -O-COCH₃, -O-COC₂H₅, -CN, -CF₃, -C₂F₅, -OCF₃, -OC₂F₅; L es un sustituyente hidrofílico seleccionado del grupo que consiste en:

-NH₂, -OH, -PO₃H₂, -PO₃H⁻, -PO₃²⁻, -OPO₃H₂, -OPO₃H⁻, -OPO₃²⁻, -COOH, -COO⁻, -CO-NH₂, -NH₃⁺, -NH-CO-NH₂, -N(CH₃)₃⁺, -N(C₂H₅)₃⁺, -N(C₃H₇)₃⁺, -NH(CH₃)₂⁺, -NH(C₂H₅)₂⁺, -NH(C₃H₇)₂⁺, -NHCH₃, -NHC₂H₅, -NHC₃H₇, -NH₂CH₃⁺, -NH₂C₂H₅⁺, -NH₂C₃H₇⁺, -SO₃H, -SO₃⁻, -SO₂NH₂, -CO-COOH, -O-CO-NH₂, -C(NH)-NH₂, -NH-C(NH)-NH₂, -NH-CS-NH₂, -NH-COOH.

[0080] La concentración de guanidina o amidina utilizada preferiblemente, la cual debe estar presente disuelta en agua preferiblemente de pocos iones o libre de iones, se determina en una realización en base del índice de ácido comprobable de la fase lipídica a refinar, que se puede obtener, por ejemplo, determinado por un análisis volumétrico con KOH determinado. El número derivado de grupos carboxilo sirve para calcular la cantidad en peso de los compuestos de guanidina o amidina. En este caso, debe estar presente un número al menos igual o mayor de guanidina o grupos de amidina, que están presentes en forma libre e ionizable. La relación molar determinada de este modo entre el grupo de guanidina o los compuestos que contienen amidina y la totalidad de los compuestos que contienen carboxilo o ácidos carboxílicos libres o liberables debe ser >1:1. Preferiblemente, una relación molar entre los ácidos carboxílicos determinables (aquí en particular el índice de acidez) y los compuestos que contienen grupos guanidina o amidina debe ser 1:3, más preferiblemente 1:2,2, y lo más preferiblemente 1:1,3 se preparan en un agua libre de iones. En este caso, la molaridad de la solución disuelta según la invención con compuestos que contienen grupo de guanidina o grupo amidina puede estar preferiblemente entre 0,001 y 0,8 molar, más preferiblemente entre 0,01 y 0,7 molar y lo más preferiblemente entre 0,1 y 0,6 molar. Dado que la interacción de los grupos de guanidina o amidina también se asegura a temperaturas ambiente, la temperatura preferida con la que puede tener lugar la entrada inventiva de las soluciones acuosas que contienen guanidina disuelta o compuestos de amidina es entre 10°C y 50°C, entre 28°C y 40°C, y lo más preferiblemente entre 25°C y 35°C. El registro de las soluciones acuosas que contienen compuestos portadores del grupo de guanidina o grupo amidina se debe realizar preferiblemente mediante mezclado intensivo. La relación de volumen entre la fase lipídica y la fase acuosa es irrelevante en principio. Sin embargo, como una forma de realización, es más preferida una relación en volumen (v/v) de la solución acuosa a la fase lipídica de 10% en volumen a 0,05% en volumen, preferiblemente de 4,5% en volumen a 0,08% en volumen, del 3% en volumen al 0,1% en volumen.

[0081] El volumen y la relación de concentración pueden verse influidos por el hecho de que en algunas fases lipídicas también los compuestos formadores de emulsiones, tales como glicolípidos, mediante una solución acuosa con grupos de guanidina o compuestos que contienen amidina liberan y, por lo tanto, estos compuestos no están disponibles para la separación de ácidos carboxílicos disponibles. Por lo tanto, en una realización, puede ser necesario elegir un mayor volumen y/o una relación de concentración de las soluciones acuosas que contienen un grupo de guanidina o compuestos que contienen grupos de amidina a las fases lipídicas a refinar.

[0082] Los mezcladores intensivos particularmente adecuados que se pueden mencionar son aquellos mezcladores intensivos que funcionan con el principio de homogeneización de alta presión o rotor-estator.

[0083] En el mezclador intensivo tiene lugar entonces una mezcla intensiva de la fase lipídica y la fase acuosa. La mezcla intensiva tiene lugar a presión atmosférica y a una temperatura en el rango de 10°C a 90°C, preferiblemente de 15°C a 70°C, más preferiblemente de 20°C a 60°C y lo más preferiblemente de 25°C a 50°C. Por lo tanto, la mezcla completa y, preferiblemente, la mezcla intensiva a baja temperatura, preferiblemente por debajo de 70°C, más preferiblemente por debajo de 65°C, más preferiblemente por debajo de 60°C, más preferiblemente por debajo de 55°C, incluso más preferiblemente por debajo de 50°C, incluso más preferiblemente por debajo de 45°C.

[0084] Por lo tanto, se prefiere particularmente si el método de refinado acuoso total que incluye preferiblemente los pasos opcionales a temperaturas que van desde 10°C a 90°C, preferiblemente 13°C a 80°C, preferiblemente 15°C a 70°C, más preferiblemente de 18°C a 65°C, más preferiblemente de 20°C a 60°C, aún más preferiblemente de 22°C a 55°C, y lo más preferiblemente de 25°C a 50°C o de 25°C a 45°C,

[0085] En la etapa de lavado opcional con una solución acuosa, que identifica un pH básico, el intervalo de pH preferido se sitúa entre 7,0 a 14, más preferiblemente de 9,5 a 13,5, y más preferiblemente entre 11, 5 y 13. La entrada de la solución de lavado básica se lleva a cabo preferiblemente con una mezcla intensiva, los mezcladores rotor-estator son particularmente preferidos. El tiempo de exposición preferido es entre 1 y 30 minutos, más preferiblemente entre 4 y 25 minutos, y más preferiblemente entre 5 y 15 minutos. Las temperaturas preferidas de la

fase lipídica están entre 15° y 45°C, más preferiblemente entre 20° y 35°C y lo más preferiblemente entre 25° y 30°C.

[0086] Una realización del tratamiento previo de las fases acuosas de refinación de lípidos a purificar, consiste en el tratamiento previo con una solución acuosa que contiene un ácido y tiene un pH entre 1 y 7, más preferiblemente entre 2,5 y 4, y la mayoría preferiblemente entre 3 y 3,5. Se da preferencia a una interferencia de la solución ácida con una entrada intensiva como se describe en el presente documento, particularmente preferidos son los sistemas de mezcla rotor-estator. El tiempo de exposición preferido es entre 1 y 30 minutos, más preferiblemente entre 4 y 25 minutos, y más preferiblemente entre 5 y 10 minutos. Las temperaturas preferidas de la fase lipídica están entre 15° y 45°C, más preferiblemente entre 20° y 35°C y lo más preferiblemente entre 25° y 30°C.

[0087] A este respecto, la separación de turbideces según la invención de una fase lipídica prepurificada también se dirige a un refinado particularmente ventajoso de baja pérdida de lípidos neutros, y en que están contenidos menos de 5 ppm, en particular menos de 2 ppm, compuestos que contienen fósforo, menos del 0,2%, en particular, menos del 0,1% de ácidos grasos libres y menos de 3 ppm, en particular menos de 0,02 ppm de iones Na, K, Mg, Ca y/o Fe.

[0088] En otras palabras, la separación de las suspensiones de una fase lipídica prepurificada de acuerdo con la invención también se dirige a un refinado particularmente ventajoso de baja pérdida de lípidos neutros y al hecho de que se usa menos de 5 ppm (o 5mg/kg), en particular menos de 2 ppm (mg/kg) de compuestos que contienen fósforo, menos del 0,2% en peso (o 0,2 g/100g), en particular menos del 0,1% en peso de ácidos grasos libres, y menos de 3 ppm (o 3mg/kg), en particular menos como 0,02 ppm (o 0,02 mg/kg) de iones Na, K, Mg, Ca y/o Fe están contenidos. Además, la invención se refiere a fases lipídicas refinadas obtenibles mediante uno de los procedimientos descritos en el presente documento con un contenido inferior al 10% con respecto a la cantidad inicial de suspensiones lipófilas orgánicas que se unen con agua, siendo la fase lipídica inferior a 5 ppm, inferior al 0,1% en peso de ácidos grasos libres, y que contienen menos de 3 ppm de iones Na, K, Mg, Ca y/o Fe.

[0089] Además la invención comprende fases lipídicas refinadas obtenibles mediante uno de los procedimientos descrito en el presente documento con un contenido de menos del 10% con respecto a la cantidad inicial de sólidos en suspensión lipófilos regla orgánicos ligantes de agua, en el que la fase lipídica es de menos de 5 ppm (o 5mg/kg), menos del 0,1% en peso (g/100g) de ácidos grasos libres, y menos de 3 ppm (o 3mg/kg) de iones Na, K, Mg, Ca y/o Fe están incluidos.

[0090] Además, el procedimiento de separación de la presente invención es de un uso también especialmente ventajoso, ya que el adsorbente sólido es de una reutilización de bajo costo. Además, la separación de acuerdo con la invención está dirigida a hacer disponibles las turbideces orgánicas separadas.

Definiciones

Fase lipídica

[0091] Como una fase lipídica se contempla en el presente documento todo el carbono orgánico de origen biológico. El término como se usa en el presente documento incluye mezclas de origen biológico, que pueden obtenerse de plantas, algas, animales y/o microorganismos y que tienen un contenido de agua de <10% y un contenido de sustancias lipofílicas que comprenden monoacilglicéridos, diacilglicéridos y/o triacilglicéridos del total >70% en peso o >75% en peso o 80% en peso o 85% en peso o 90% en peso o 95% en peso. Por ejemplo, las fases lipídicas pueden ser extractos de plantas oleaginosas y microorganismos, como colza, girasol, soja, camelina, jatropha, palmas, ricino, pero también algas y microalgas, así como grasas y aceites animales. Es irrelevante si la fase lipídica es una suspensión, emulsión o líquido coloidal. Si las fases lipídicas son extractos o fases de extracción de sustancias lipoides de una separación o extracción previa, la fase lipídica también puede consistir en una proporción de >50% en volumen de disolventes orgánicos o compuestos hidrocarbonados.

[0092] Fases lipídicas preferidas son los aceites vegetales, especialmente aceites de prensado y extracción a partir de plantas de aceite de semillas. Sin embargo, también se prefieren las grasas animales. Sin embargo, también se incluyen compuestos de hidrocarburos alifáticos o cíclicos no polares. Estas fases lipídicas se caracterizan porque >95% en peso de los compuestos son apolares.

[0093] Entre las fases lipídicas en el sentido de la definición usada tal como se define en este documento se incluyen aceite de acai, aceite de acrocomia, aceite de almendra, aceite de babasú, aceite de semilla de grosella negra, aceite de semilla de borraja, aceite de canola, aceite de anacardo, aceite de ricino, aceite de coco, aceite de cilantro, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de krumben, aceite de linaza, aceite de semilla de uva, aceite de avellana, otros aceites de nuez, aceite de semilla de cáñamo, aceite de jatropa, aceite de jojoba, aceite de nuez de macadamia, aceite de mango, aceite de semilla de hierba de la pradera, aceite de mostaza, aceite de pata de buey, aceite de oliva, aceite de palma, aceite de almendra de palma, aceite de oleína de palma, aceite de cacahuete, aceite de nuez, aceite de nuez de pino, aceite de pistacho, aceite de semilla de amapola, aceite de salvado de arroz, aceite de cártamo, aceite de camelia, aceite de sésamo, aceite de manteca de karité, aceite de

soja, aceite de girasol, aceite de sebo, aceite de Tsubaki, aceite de nuez, variedades de aceites "naturales" que tienen alterada la composición de ácidos grasos a través de organismos modificados genéticamente (OMG) o variedades tradicionales, aceite de Neochloris oleoabundans, aceite de Scenedesmus dimorphus, aceite de Euglena gracilis, aceite de Phaeodactylum tricornutum, aceite Pleurochrysis carterae, aceite Prymnesium parvum, aceite de Tetraselmis Chui, aceite de Tetraselmis suecica, aceite de Isochrysis galbana, aceite salina Nannochloropsis, aceite Botryococcus braunii, aceite Dunaliella tertiolecta, aceite Nannochloris, aceite de Spirulina, aceite de Chlorophyceae, aceite Bacilliarophyta, una mezcla a partir de los aceites anteriores y aceites animales (especialmente aceites marinos), aceites de algas, aceites de extracción de salvado, p. ej. aceite de salvado de arroz y biodiesel.

10 Fase lipídica refinada

[0094] Entre las fases lipídicas refinadas en el presente documento se entiende una fase lipídica en la que uno de los métodos de la invención para la adsorción y la separación o la formación de complejos y la separación se lleva a cabo de la turbidez hidratada.

15 Fase lipídica refinada

[0095] La fase lipídica obtenida después de un refinado acuoso se entiende como una fase lipídica refinada, esto significa la fase lipídica que se obtiene después de la última etapa del método de uno de los métodos de acuerdo con la invención.

20 Fase lipídica purificada

[0096] La fase lipídica purificada significa la fase lipídica que se obtiene después de la última etapa del proceso del método de invención adecuada. La "fase lipídica purificada" y la "fase lipídica refinada" se usan de manera intercambiable.

25 Refinamiento acuoso o fase lipídica refinada acuosa.

[0097] En la presente solicitud por "refinación acuosa" se entiende la etapa de limpieza acuosa con una nueva solución espectral o básica para proporcionar la "fase lipídica acuosa refinada". Por lo tanto, "fase lipídica refinada acuosa" es sinónimo de "fase lipídica" que está presente después de la purificación con una solución neutra o básica.

30 Fase lipídica pre-purificada

[0098] En la presente solicitud, la "fase lipídica prelimpiada" es la fase lipídica presente después de la limpieza con una solución neutra o básica. Por lo tanto, también se entiende que una fase lipídica purificada previamente significa una fase lipídica refinada acuosa.

35 "Fase lipídica a limpiar"

[0099] La fase lipídica a purificar es la fase lipídica en bruto antes de que se haya sometido a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica.

40 Turbideces

[0100] En este documento, la turbidez se entiende como compuestos orgánicos que pueden definirse por las siguientes características: a) orgánico, en un compuesto biogénico de la fase lipídica de origen natural con propiedades lipófilas, caracterizado por un K_{ow} de >2 , que por lo tanto se refiere al término K_{ow} se refiere al coeficiente de distribución entre n-octanol y agua, y b) compuesto orgánico que tiene un peso molecular de no más de 5.000 Da, y también c) un compuesto orgánico que tiene un radio hidrodinámico de más de 100 nm en un estado hidratado y d) compuesto orgánico que permite la captación de moléculas de agua.

[0101] La presente invención por adsorción o sustancias suspendidas orgánicas separables complejadas tiene al menos dos de las características descritas anteriormente, las cuales pueden ser investigadas por métodos conocidos y realizables por los expertos, p. ej. una determinación de peso molecular, un cálculo del coeficiente de distribución de K_{ow} , una determinación del radio hidrodinámico mediante un método de dispersión dinámica de luz láser (DLS) y la determinación del contenido de agua.

[0102] Los compuestos orgánicos de unión a agua incluyen compuestos orgánicos colorantes, tales como los carotenos y carotenoides, clorofilas, y sus productos de degradación, más fenoles, fitoesteroides, en particular β -sitosterol y campesterol, así como sigmasterol, esteroides, sinapina, escualeno. Fitoestrógenos, tales como isoflavonas o lignanos. Además, los esteroides y sus derivados, como las saponinas, además los glicolípidos, así como los gliceroglicolípidos y los glicerofosfolípidos, además los renanolípidos, los sofrolípidos, los lípidos de la trehalosa, los lípidos de mannosilsterol. Del mismo modo, los polisacáridos como los ramnagalacturonanos y los

ésteres del ácido poligalacturónico, los arabinanos (homoglicanos), los galactanos y los arabinogalactanos, así como los ácidos pécticos y las amidopectinas.

Además, los fosfolípidos, en particular el fosfatidilinositol, los fosfátidos, como el fosfoinositol, además los ácidos carboxílicos y los compuestos de carbono de cadena larga o cíclicos, como las ceras, los ácidos de cera, los alcoholes grasos, los ácidos grasos hidroxi y epoxi. Asimismo, glucósidos, lipo-proteínas, ligninas, fitato o ácido fítico, así como glucoinosilatos. Proteínas, incluidas las albúminas, globulinas, oleosinas, vitaminas, como el retinol (vitamina A) y sus derivados, p. ej. ácido retinoico, riboflavina (vitamina B2), ácido pantoténico (vitamina B5), biotina (vitamina B7), ácido fólico (vitamina B9), cobalaminas (vitamina B12), calcitriol (vitamina D) y derivados, tocoferoles (vitamina E) y tocotrienoles, filoquinona (vitamina K) y menaquinona. Además, los taninos, terpenoides, curcumanoides, xantonas, pero también los compuestos de azúcar, aminoácidos, péptidos, incluidos los polipéptidos y carbohidratos como el glucógeno.

[0103] Puesto que las fases lipídicas de origen diferente pueden ser libres con el método de la invención de la turbidez aserrada, la selección de la materia en suspensión no se limita a la presente memoria anteriormente. Preferiblemente se separan con cualquiera de los procedimientos descritos en el presente documento, las turbideces lipófilas orgánicas de unión a agua como carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, ceras, ácidos de ceras, alcoholes de cera, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicerosfingolípidos. Además, aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos y compuestos de peróxido.

Ácidos y bases

[0104] Los ácidos se refieren aquí a compuestos que son capaces de desprender protones a una pareja de reacción, en particular agua.

[0105] Por consiguiente, el término se refiere a bases, compuestos que son capaces de absorber protones, en particular en soluciones acuosas.

Ácidos carboxílicos

[0106] Los ácidos carboxílicos también llamados ácidos carboxílicos en este documento, compuestos orgánicos que portan uno o más grupos carboxilo. Se hace una distinción entre ácidos carboxílicos alifáticos, aromáticos y heterocíclicos. Las formas alifáticas de ácidos carboxílicos, también llamados ácidos alcanóicos, son ácidos grasos y se enumeran en el párrafo siguiente.

Ácidos grasos

[0107] En general, los ácidos grasos son cadenas de carbono alifático con un grupo carboxilo. Los átomos de carbono pueden estar enlazados con un enlace sencillo (ácidos grasos saturados) o con puentes de doble enlace (ácidos grasos insaturados), estos dobles enlaces pueden estar en una configuración cis o trans. Como se define aquí, los ácidos grasos se refieren a compuestos que tienen más de 4 átomos de carbono consecutivos en adición al grupo carboxilo. Ejemplos de ácidos grasos saturados lineales son el ácido nonanocarboxílico (ácido cáprico), ácido dodecanoico (ácido láurico), ácido tetradecanoico (ácido mirístico), ácido hexadecanoico (ácido palmítico), ácido octadecanoico (ácido esteárico), n-eicosanoico (ácido araquídico) y n-docosanoico (ácido behénico).

Separación

[0108] En virtud de la separación, los expertos separan una mezcla de sustancias. Dependiendo del tipo de proceso de separación utilizado, cada uno de los cuales requiere un gasto de energía bajo el cual se logra un cierto grado de separación, se obtienen sustancias de diferente pureza. Separación es sinónimo de separación y ambos términos también se usan como sinónimos en esta aplicación. Por lo tanto, la separación significa la separación de sustancias de una mezcla de sustancias. Los métodos de separación, como se usan en el presente documento, incluyen la separación de fases de mezclas líquidas que pueden realizarse por sedimentación y/o centrifugación y/o filtración. La separación centrífuga puede llevarse a cabo de forma continua mediante una tecnología de separador o decantador o de forma discontinua mediante una centrifuga. Se puede llevar a cabo una separación por filtración pasando la fase lipídica, en la cual se encuentran compuestos/agregados que se van a separar a través de un filtro que tiene un cierto tamaño de pantalla, en donde los compuestos/agregados son preferiblemente 100% más grandes que el tamaño mínimo de tamiz, y no pasan por el filtro. También se pueden usar otras técnicas para separar fases conocidas por los expertos en la técnica.

Extracción

[0109] La "extracción" es una designación para un proceso de separación mediante la disolución de ciertos componentes de mezclas de sustancias sólidas o líquidas, con la ayuda de disolventes adecuados (medio de extracción) para el artesano experto. Se hace una distinción entre extracción sólido-líquido y extracción líquido-líquido. En este caso, las fases se mezclan juntas en una extracción líquido-líquido y se conectan a la separación de fases de extracción, en la que las fases se separan unas de otras. Por extracción, como se usa en este documento,

se entiende la liberación de turbidez de su matriz material (orgánica) por un extractor, que puede consistir en un adsorbente o un agente complejante para que se separen los sólidos suspendidos. En otras palabras, la capacidad de extracción de la turbidez hidrogenada se logra mediante la unión por adsorción a un adsorbente como se describe en el presente documento o mediante un enlace iónico o covalente con un catión descrito en el presente documento, que se define en este documento como complejación.

Adsorción

[0110] La adsorción es la acumulación de sustancias sobre la superficie de los sólidos para el especialista. Dichos depósitos se deben principalmente a interacciones físico-químicas, pero también son posibles los compuestos químicos.

Adsorbente

[0111] El término adsorbente se usa como sinónimo del término adsorbente en el presente documento entendiéndose una conexión de material de los componentes inorgánicos y/o orgánicos con unos agregados sólidos. El adsorbente tiene propiedades superficiales que permiten la adsorción de elementos o compuestos. En particular, con los adsorbentes entendidos anteriormente en este documento, las impurezas descritas en este documento pueden incorporarse y/o intercalarse y unirse a los mismos.

Agregación

[0112] En general, la agregación significa la acumulación o colección de átomos o moléculas. En el campo de los procesos de separación, el experto en la técnica entiende la acumulación de átomos o moléculas en líquido hasta el punto en que el agregado ya no es soluble y precipita.

Acomplejamiento

[0113] El término en el presente documento significa una conexión química entre dos o más elementos y/o compuestos físicos y/o físico-químicos y/o químicos. Los elementos pueden estar presentes en su forma elemental o ionizada, compuestos como moléculas que tienen 2 o más átomos, es irrelevante si son compuestos orgánicos o inorgánicos. Además, el término complejación abarca un compuesto físico y/o físicoquímico y/o químico con o entre complejos que ya se han formado al formar complejos con un agente complejante como se describe en este documento con un compuesto, por lo que también se pueden formar agregados.

Complejante

[0114] El término secuestrante, como se usa aquí, significa elementos que son ionizables en agua y/o propuestos para iones para formar un complejo con la materia en suspensión, como se describe en el presente documento.

Celulosa y derivados de celulosa.

[0115] La celulosa es un polisacárido de la composición bruta formal ($C_6H_{10}O_5$), más precisamente un beta-1,4-poliacetil isotáctico de celobiosa (4-O-beta-D-glucopiranosil-D-glucosa). La celobiosa a su vez consiste en dos moléculas de glucosa. Aproximadamente de 500 a 5.000 unidades de glucosa están conectadas entre sí sin ramificar en forma de cadena, lo que da como resultado masas molares promedio de 50.000 a 500.000. Los derivados de celulosa en los que átomos de hidrógeno pueden en los grupos hidroxilo libres de las unidades de glucosa pueden estar reemplazados $-CH_3$, $-C_2H_5$, $-C_3H_7$, $-C_4H_9$, $-C_5H_{11}$, $-CH_2CH_2OH$, $-CH_2CH_2CH_2OH$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2OH$, $-CH_2CH(OH)CH_3$, $-CH_2CH(OH)CH_2OH$, $-CH_2CO_2H$, $-CH_2CH_2SO_3H$, $-CH_2CH_2SO_3^-$, $-C(=O)CH_3$, $-C(=O)CH_2CH_3$, $-C(=O)CH_2CH_2CH_3$, $-C(=O)CH_2CH_2CH_2CH_3$, $-C(=O)CH(OH)CH_3$, radicales alquilo hidrófobos de cadena larga y ramificados, radicales hidrófobos de cadena larga ramificados y grupos alquilarilo no ramificados o arilalquilo, radicales catiónicos, $-NO_2$, $-SO_3H$, $-SO_3^-$.

[0116] Los ejemplos de derivados de celulosa son hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilcelulosa (HPC), etilhidroxietilcelulosa (EHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC), hidroxipropilhidroxietil celulosa (HPHEC), metilcelulosa (MC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC), metilhidroxipropilhidroxietilcelulosa (MHPHEC), metilhidroxietilcelulosa hidroxietilcelulosa (MHEC), carboximetilcelulosa (CMC), hidroxietilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmHEC), hidroxipropilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmHPC), etilhidroxietilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmEHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmCMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmHPHEC), metilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmMC), metilhidroxipropilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmMHPC), metilhidroxietilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmMHEC), carboximetilmetilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmCMMC), sulfoetilcelulosa (SEC), hidroxietilsulfoetilcelulosa (HESEC) hidroxietilhidroxipropilsulfoetilcelulosa (HPSEC), metilhidroxietilsulfoetilcelulosa (MHESEC) metilhidroxipropilsulfoetilcelulosa (MHPSEC) hidroxietilhidroxipropilsulfoetilcelulosa (HEHPSEC) carboximetilsulfoetilcelulosa (CMSEC), sulfoetilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmSEC), hidroxietilsulfoetilcelulosa modificada hidrofóticamente (hmHESEC),

hidroxietilhidroxipropilsulfoetilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmHPSEC), así como hidroxietilhidroxipropilsulfoetilcelulosa hidrofóticamente modificada (hmHEHPSEC).

Colorantes de pigmentos de color de plantas

[0117] Bajo el término colorantes se entienden compuestos orgánicos que normalmente se producen juntos en aceites y grasas de origen biogénico en cantidades variables y composiciones.

[0118] Bajo el término "colorantes de plantas" en el presente documento se entiende todos los compuestos colorantes encontrados en las fases lipídicas. El colorante más dominante, por mucho el más grande en aceites vegetales, es el grupo de clorofilas y sus productos de degradación, como la fosforilina. Además, también hay compuestos que se agrupan bajo el grupo de carotenos o carotenoides. Sin embargo, otras clases de compuestos, como los flavonoides, las curcuminas, los antocianos, las betaninas, las xantofilas, que también incluyen carotenos y la luteína, incluyen el índigo, el kaempferol y las xantofilas, como la neoxantina o la zeaxantina. Estos colorantes pueden estar presentes en diferentes proporciones en las fases lipídicas. Estos colorantes tienen una solubilidad diferente en agua o en un disolvente orgánico. Los procesos de refinación acuosos descritos en el presente documento permiten la separación de compuestos lipofílicos en una nanoemulsión acuosa, que de otro modo no se puede convertir en una fase acuosa en compuestos solubles en agua y se puede separar con la misma.

[0119] Los representantes más comunes de los tintes vegetales son las clorofilas. En los aceites vegetales, las clorofilas se encuentran típicamente en cantidades entre 10 ppm (o 10 mg/kg) y 100 ppm (o 100 mg/kg) o entre 10 ppm (o 10 mg/kg) y 100 ppm (o 100 mg/kg). Los representantes con un alto contenido de clorofilas son especialmente los aceites de colza y canola.

Clorofilas

[0120] Con el término "clorofilas" se resumen en el presente documento compuestos que consisten en un anillo de porfirina derivatizada y se clasifican de acuerdo con los grupos orgánicos en los subgrupos a, b, c1, c2 y d. Además, se diferencian en el número de dobles enlaces entre átomo de carbono 17 y 18.

[0121] Clorofilas están presentes en los aceites vegetales más comúnmente tintes. Debido a su hidrofobicidad o lipofilidad, están muy bien distribuidos en fases lipídicas, en particular mezclas de triglicéridos. Provocan un color verde de la fase lipídica, además causan una menor estabilidad de oxidación de la fase lipídica debido a la entrada/ingreso de iones de magnesio o cobre. Por lo tanto, su eliminación de tal fase lipídica es deseable, especialmente si es un aceite comestible. Los niveles absolutos encontrados en las fases lipídicas, y particularmente los aceites vegetales, varían considerablemente, variando desde 0,001 ppm (o 0,001 mg/kg) hasta 1.000 ppm (o 1.000 mg/kg) o 0,001 ppm (o 0,001 mg/kg) hasta 1.000 ppm (o 1.000 mg/kg).

[0122] Clorofilas no degradadas son prácticamente insolubles en agua. Por lo tanto, los procesos de refinación acuosos tampoco son adecuados para extraer estos colorantes de una fase lipídica. Dado que la determinación de las concentraciones absolutas se puede obtener mediante un alto esfuerzo analítico, es más práctico determinar el contenido de colorantes por medio de una determinación espectrométrica de los contenidos de color de una fase lipídica. Para este propósito, la determinación de diferentes espectros de color en un aceite se establece mediante el método Lovibond, en el que los niveles de intensidad rojo amarillo y verde se determinan y se comparan con un valor de referencia. Por lo tanto, se puede juzgar una evaluación del color del aceite en general, así como un cambio en el color.

Áreas de aplicación

[0123] El método de acabado refinado de acuerdo con la invención se puede usar en toda la fase lipídica, como se describe en el presente documento, cuando haya un origen biogénico y contienen compuestos altamente lipofílicos de unión a agua que son turbideces como parte de un refinado o por una entrada de agua. Dado que las turbideces, para el proceso de acabado de acuerdo con la invención, primero tienen que disolverse o descomplejarse de una matriz orgánica, el uso inventivo del proceso de acabado se limita a una etapa de refinación después de una refinación acuosa, como se describe aquí. Esto se refiere a la purificación/refinación de aceites, especialmente de aceites vegetales, pero también de grasas animales, donde se desea eliminar la turbidez. Esto se aplica en particular a los aceites comestibles, aceites de fragancia, aceites de masaje, aceites para la piel y aceites para lámparas. Además, se pueden refinar otras mezclas orgánicas, como extractos de plantas, o sus productos de destilación. Además, mezclas naturales o producidas sintéticamente de compuestos hidrocarbonados o ácidos grasos esterificados. Además fases lipídicas, que son adecuadas para aplicaciones técnicas, tales como combustibles o lubricantes a base de aceite o aceites hidráulicos.

[0124] Además, la invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y la extracción o la formación de complejos y la extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos acuosos de fases lipídicas refinadas acuosas, caracterizadas por

a) proporcionar una fase lipídica que contenga carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos, la fase lipídica se somete a al menos una refinación acuosa con una solución neutra o básica,
 b) añadir un adsorbente y/o un agente complejante a la fase lipídica de la etapa a),
 c) separación de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos adsorbidos o complejados de la etapa b),

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas, y
 en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0125] La invención se refiere además a un proceso para la adsorción y extracción o formación de complejos y la extracción de suspensiones lipófilas orgánicas de unión a agua de fases lipídicas refinadas acuosas, que se caracteriza por

a) proporcionar una fase lipídica que contiene una turbidez lipófila orgánica de unión al agua, en donde la fase lipídica ha sufrido al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos un compuesto que contiene grupos de guanidina o amidina que tiene un K_{OW} de $<6,3$.
 b) agregar un adsorbente y/o un agente complejante a la fase lipídica de la etapa a),
 c) separación de la turbidez lipófila orgánica de unión al agua adsorbida o complejada de la etapa b) mediante una separación de fases,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas, y
 en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0126] La invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y extracción de turbidez lipófila orgánica de unión de agua refinada fase lipídica acuosa, que se caracteriza por,

a) proporcionar una fase lipídica que contiene turbidez lipófila orgánica de unión al agua, en donde la fase lipídica ha sido sometida a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
 b) agregar celulosa o un derivado de celulosa a la fase lipídica de la etapa a),
 c) separar las turbideces lipófilas orgánicas adsorbidas de la etapa b) por una separación de fases.

[0127] La invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y extracción de turbideces lipófilas orgánicas de fases lipídicas acuosas refinadas de unión de agua, que se caracteriza por,

a) proporcionar una fase lipídica que contiene turbidez lipófila orgánica de unión al agua, en donde la fase lipídica ha sido sometida a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
 b) agregar un adsorbente a la fase lipídica de la etapa a),
 c) separar la turbidez lipofílica orgánica adsorbida de la etapa b) por una separación de fases,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas.

[0128] Además, la invención se refiere a un proceso para la adsorción y extracción o formación de complejos y extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o Glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de fases lipídicas acuosas refinadas que se caracteriza por,

a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos, en donde la fase lipídica de al menos un refinado acuoso ha sido sometida con una solución acuosa que tiene al menos una guanidina - o el compuesto que contiene amidino que tiene un K_{OW} de $<6,3$.
 b) agregar un adsorbente y/o un agente complejante a la fase lipídica de la etapa a),
 c) separar los carotenos adsorbidos o complejados, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de la etapa b) por una separación de fases,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas y
 en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro disueltos en una solución acuosa disponible.

[0129] La invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de fases lipídicas acuosas refinadas, que se caracteriza por,

a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos en los que la fase lipídica ha sido sometida a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
 b) adición de celulosa o un derivado de celulosa a la fase lipídica de la etapa a),

c) Separación de los carotenos adsorbidos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de la etapa b) mediante una separación de fases.

5 **[0130]** La invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de fases lipídicas acuosas refinadas, que se caracteriza por,

10 a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos en los que la fase lipídica ha sido sometida a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,

b) agregar un adsorbente a la fase lipídica del paso a),

15 c) separación de los carotenos adsorbidos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras adsorbidos o ácidos carboxílicos adsorbidos de la etapa b) por separación de fases,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas.

20 **[0131]** La invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de fases lipídicas acuosas refinadas, que se caracteriza por,

25 a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos, en donde la fase lipídica se ha sometido a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,

b) además de celulosa o un derivado de celulosa a la fase lipídica de la etapa a),

c) separación de los carotenos adsorbidos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de la etapa b) mediante una separación de fases.

30 **[0132]** La invención se refiere a un procedimiento para la adsorción y extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de fases lipídicas acuosas refinadas, que se caracteriza por,

35 a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos, en donde la fase lipídica de al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos una guanidina o un grupo amidina ha sido sometido a una conexión con un K_{OW} de $<6,3$,

b) agregar un adsorbente a la fase lipídica del paso a),

40 c) separar los carotenos adsorbidos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de la etapa b) por una separación de fases,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas.

45 **[0133]** Además, la invención se refiere a un método de formación de complejos y la extracción de turbideces lipófilas orgánicas de unión de fases lipídicas agua refinadas acuosas, que se caracteriza por,

50 a) proporcionar una fase lipídica que contiene turbidez lipófila orgánica de unión al agua, en donde la fase lipídica ha sufrido al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos un grupo de guanidina o un compuesto portador de grupo amidina que tiene un K_{OW} de $<6,3$,

b) agregar un agente complejante a la fase lipídica de la etapa a),

c) separación de la turbidez lipófila orgánica complejante de unión al agua de la etapa b) mediante una separación de fases,

en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

55 **[0134]** Además, la invención se refiere a un método de formación de complejos y la extracción de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, y gliceroglicolípidos glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de fases lipídicas acuosas refinadas, que se caracteriza por,

60 a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos, y/o ceras o ácidos carboxílicos, comprendiendo la fase lipídica al menos una refinación acuosa con una solución acuosa que tiene al menos un compuesto portador del grupo de guanidina o grupo amida con un K_{OW} de $<6,3$,

b) agregar un agente complejante a la fase lipídica de la etapa a),

65 c) separar los complejos carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o

[0135] Las ceras y ácidos carboxílicos de la etapa b) por una separación de fases, en donde el agente complejante cuando se trata de iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0136] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para la separación de sólidos orgánicos lipófilos de unión de agua en suspensión a partir de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene turbidez lipófila orgánica de unión al agua, en donde la fase lipídica ha sido sometida a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
- b) agregar la fase lipídica de la etapa a) con un adsorbente y/o un agente complejante,
- c) separación de fases y separación de la turbidez lipofílica orgánica adsorbida o complejada de unión a agua,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas, y en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0137] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para la separación de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras y ácidos carboxílicos a partir de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos, en donde la fase lipídica ha sido sometida a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
- b) la fase lipídica de la etapa a) con un adsorbente y/o un agente complejante,
- c) separación de fases y separación de los carotenos adsorbidos o complejados, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos.

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas, y en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0138] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para la separación de sólidos orgánicos lipófilos de unión de agua en suspensión a partir de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene una turbidez lipófila orgánica de unión a agua, en donde la fase lipídica ha sufrido al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos un grupo de guanidina o un compuesto portador de grupo amidina que tiene un K_{OW} de $<6,3$,
- b) agregar la fase lipídica de la etapa a) con un adsorbente y/o un agente complejante,
- c) separación de fases y separación de la turbidez lipofílica orgánica adsorbida o complejada de unión a agua,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas, y en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0139] Una realización adicional de acuerdo con la invención es un proceso para la separación de carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos, en donde la fase lipídica de al menos un refinado acuoso con una solución acuosa tiene al menos un grupo de guanidina o un compuesto que contiene amidina fue sometido a un K_{OW} de $<6,3$,
- b) agregar el agente de adsorción a la fase lipídica del paso a)
- c) separación de fases y eliminación de los carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglucolípidos, glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos adsorbidos adsorbidos,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas.

[0140] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para la separación de sólidos orgánicos lipófilos de unión de agua en suspensión a partir de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene una turbidez lipófila orgánica de unión a agua, en donde la fase lipídica ha sufrido al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos un grupo de guanidina o un compuesto portador de grupo amidina que tiene un K_{OW} de $<6,3$,
- b) agregar la fase lipídica de la etapa a) con un adsorbente
- c) separación de fases y separación de la turbidez lipófila orgánica adsorbente de unión al agua,

en donde el adsorbente es celulosa, un derivado de celulosa o un silicato en capas.

[0141] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para la separación de sólidos orgánicos

lipófilos de unión de agua en suspensión a partir de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene una turbidez lipófila orgánica de unión a agua, en donde la fase lipídica ha sufrido al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos un grupo de guanidina o un compuesto portador de grupo amidina que tiene un K_{OW} de $<6,3$,
- b) agregar la fase lipídica de la etapa a) con un agente complejante,
- c) separación de fases y separación de la turbidez lipófila orgánica complejante de unión al agua,

en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

[0142] Una realización adicional de la invención es un procedimiento para separar los carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualenos, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras y ácidos carboxílicos a partir de una fase lipídica refinada acuosa, que se caracteriza por,

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene carotenos, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglicolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos en la fase lipídica de al menos un refinado acuoso con una solución acuosa que tiene al menos un grupo de guanidina o grupo de amidino compuesto fue sometido a un K_{OW} de $<6,3$,
- b) desplazar la fase lipídica de la etapa a) con un agente complejante,
- c) separación de fases y separación de los carotenos complejados, clorofilas, fenoles, esteroides, escualeno, glicolípidos, gliceroglucolípidos y/o glicosfingolípidos y/o ceras o ácidos carboxílicos

en donde el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro presentes en una solución acuosa.

Descripción de las figuras

[0143]

Figura 1: muestra la tabla 1.3 para el ejemplo 1.

Figura 2: muestra la tabla 2.2 para el ejemplo 2.

Figura 3: muestra la tabla 5.2 para el ejemplo 5.

Figura 4: muestra la tabla 6.1 para el ejemplo 6.

Figura 5: muestra la tabla 7 para el ejemplo 7.

Ejemplos

Métodos de medición

[0144] Los siguientes métodos de medición estaban en el contexto de los ejemplos de realizaciones descritas a continuación:

El contenido de fósforo, calcio, magnesio y hierro en la fase lipídica se determinó por ICP OES (Optima 7300, PerkinElmer, Alemania). Valores en ppm (o en mg/kg).

[0145] La proporción de ácidos grasos libres en la fase lipídica se determinó por medio de un análisis volumétrico de KOH metanólico con un análisis volumétrico Titroline 7000 (SI-Analytics, Alemania) valores dados en % en peso (g/100g).

[0146] El contenido de agua en la fase lipídica, que se denomina aquí como la humedad en el aceite, se determinó por medio de una valoración automática de acuerdo con el método de Karl Fischer (TitroLine 7500 traza KF SI Analytics, Alemania), los valores se expresan en % en peso.

[0147] La determinación de una turbidez de una fase lipídica se llevó a cabo mediante una inspección visual en la que una cubeta fue cargada con un diámetro de 3 cm, con el aceite de prueba y por 2 investigadores, la visibilidad de líneas de imagen se evaluó en visibilidad a través de la cubeta bajo condiciones de iluminación estandarizadas. Además, se evaluó el brillo de la muestra al observar la luz del día. Con liris de imagen sin distorsión y brillo óptico, la muestra de aceite se clasificó como transparente. En caso de una distorsión significativa de los contornos de línea con un difícil reconocimiento de las líneas de la imagen y una vista que ya no es clara, la evaluación se llevó a cabo como ligeramente turbia. Si las líneas de imagen aún eran reconocibles, pero ya no se podían diferenciar, y la apariencia visual era tenue, la clasificación era moderadamente turbia. Si no se reconocían líneas y la revisión de la muestra de aceite ya no era posible, la clasificación se consideró muy turbia. Se hizo una clasificación como "similar a la leche" en el caso de una apariencia similar a la de una leche. En comparación con las mediciones paralelas por turbidimetría (ver más abajo), se encontró que los aceites que se evaluaron como transparentes (turbidez (TR) = 1)

estaban en el rango <15 FTU, con una ligera turbidez (TR = 2) de los aceites hubo valores de FTU de 16 a 50, y con una turbidez moderada (TR = 3), los valores de FTU variaron de 51 a 200, con alta turbidez (TR = 4), los valores de FTU se midieron entre 201 y 1.000, y con emulsiones lechosas (TR = 5) tenían valores de FTU de >1.000.

5 **[0148]** La cuantificación de la turbidez (turbidimetría) de fases de aceite también fue hecha por medio de una detección de la luz dispersada en donde la re-entrada de un haz dispersado en 90° se determina con una sonda de medición, que se sumergió en un volumen de muestra de 10 ml (InPro sensor 8200 de medición, transmisor M800-1, Mettler Toledo, Alemania).

10 **[0149]** El rango de medición es de 5 a 4.000 FTU. Siempre hubo duplicaciones de determinaciones por muestra. Las determinaciones de gota o tamaño de partícula se realizaron mediante análisis de retrodispersión de luz con láser no invasivo (DLS) (Zastasiser Nano S, Malvern, Reino Unido). Para este propósito, 2 ml de un líquido a analizar se llenaron en una cubeta de medición y se insertaron en la célula de medición. El análisis de partículas o gotas de formación de límite de fase se realiza automáticamente. Se cubre una zona de medición de 0,3 nm a 10 µm.

15 **[0150]** La determinación de productos de oxidación secundarios en una fase lipídica se llevó a cabo con una reacción de p-anisidina, que se cuantificó fotométricamente. A esto se añadieron 20 µl de una muestra de aceite en una cubeta de ensayo que ya contiene el reactivo de ensayo se cargó y se coloca inmediatamente después de la célula de medición de un analizador automático (FoodLab, Italia). El rango de medición está entre 0,5 y 100. Cada muestra fue analizada dos veces.

20 **[0151]** Todas las pruebas se realizaron bajo condiciones de presión normales (101,3 Pa) y a temperatura ambiente (25°C), a menos que se indique lo contrario.

25 Ejemplo 1

[0152] 300 kg de aceite de colza que tienen las relaciones que se muestran en la Tabla 1,3 (Figura 1) se dan, se sometieron a un proceso de refinado de múltiples etapas. Para este propósito, el aceite de colza se llenó en un tanque de almacenamiento (tanque de almacenamiento 1). Posteriormente, el aceite en el tanque de almacenamiento 1 se calienta a 50°C y luego con 0,1% en peso de ácido cítrico (25% en peso, a temperatura ambiente) y durante 10 minutos con un homogeneizador de rotor-estator (Fluco MS 4, Fluid Kothhoff, Alemania) a una frecuencia de rotación de 1.000 rpm durante 30 minutos homogeneizados y. A continuación, se añade 0,4% en peso de agua y se agita durante 15 minutos a 100 rpm. Posteriormente, la separación de fases con un separador de separación (OSD 1.000, MKR, Alemania) a un rendimiento de 100 l/hy una frecuencia de rotación de 10.000 rpm. La fase oleosa transparente A resultante se transfiere a un tanque de almacenamiento adicional (tanque de almacenamiento 2). Se usaron 125 ml de fase oleosa A para el análisis químico.

[0153] La fase oleosa así obtenida A se lleva a una temperatura de proceso de 40°C y se añadió un 4% en volumen a 10% en solución de carbonato de potasio acuoso peso. La mezcla se lleva a cabo por medio del homogeneizador mencionado anteriormente a una frecuencia de rotación de 1.000 rpm durante 15 minutos con un mezclado intensivo. La emulsión resultante se bombea al separador de separación y la separación de fase se realiza con los mismos parámetros de ajuste. La fase oleosa B ligeramente turbia resultante se transfiere al tanque de almacenamiento 3. 125 ml de fase oleosa B se empleó en el análisis químico.

45 **[0154]** La fase oleosa B se lleva a una temperatura de proceso de 35°C y se añade a 3% en volumen de una solución molar de arginina 0,5. Posteriormente, se lleva a cabo una mezcla intensiva por medio de la herramienta de mezcla mencionada anteriormente con el ajuste idéntico durante 10 minutos. La emulsión resultante se bombea al separador de separación y la separación de fase se efectúa a una velocidad de 200 l/h. La fase oleosa turbia resultante C se transfiere al tanque de almacenamiento 4. Se usaron 125 ml de fase oleosa C para el análisis químico. (Determinación de índices de hidrocarburos según métodos de medición).

50 **[0155]** A partir de entonces, a 10 kg de aceite de colza pre-purificado en experimentos independientes, con un mezclador de hélice (200 rpm), se añadieron los adsorbentes enumerados en la tabla a continuación como sólidos en polvo en una porción del aceite refinado acuoso durante un período de 20 minutos, agitándose a una temperatura constante de 30°C:

60

65

Tabla 1.1

Experimento N°	Adsorbente	PS (µm)	MW (Da)	Cantidad
1.1	Hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2)	<180	400	50 g
1.2	Celite (VWR)	n.a.	n.a.	100g
1.3	Tiisilo	n.a.	n.a.	100g
1.4	Caolín (VWR)	n.a.	n.a.	80 g
1.5	Tonsil Optimum 210 FF	n.a.	n.a.	250 g
1.6	Tonsil Supreme 118 FF	n.a.	n.a.	250 g
1.7	Hidroxietilcelulosa (H 60000 YP2)	<180	300	25 g
1.8	Hidroxietilcelulosa (H 60000 YP2)	<180	300	100g
1.9	Hidroxipropilmetilcelulosa (90SH-100000)	<150	150	25 g
1.10	Hidroxipropilmetilcelulosa (90SH-100000)	<150	150	100g
1.11	Metilhidroxietilcelulosa (MHS 300000 P4)	<120	500	25 g
1.12	Metilhidroxietilcelulosa (MHS 300000 P4)	<120	500	100g
PS: tamaño de partícula; MW: peso molecular; n. a.: no especificado				

[0156] Además, en experimentos adicionales, tuvo lugar la adición de una sola vez de 100 ml de las soluciones enumeradas en la tabla 12, en donde 10 kg de cada fase de aceite pre-limpiado C se agitó como se describió anteriormente:

Tabla 1.2

Experimento N°	Complejante
2.1	Solución acuosa de una solución de cloruro de aluminio 1,5 molar.
2.2	Solución de sulfato de aluminio 2 molar
2.3	Solución de cloruro de hierro (III) 3,5 molar
2.4	Solución de cloruro de calcio 3 molar
2.5	Solución de sulfato de magnesio 3 molar
2.6	Solución de cloruro de cobre 3 molar
2.7	3 solución normal de NaCl ₂
2.8	Solución de sulfato de aluminio 3 molar
2.9	Solución de cloruro de aluminio 0,5 molar
2.10	Solución de cloruro de aluminio y poli al 9% en peso.

[0157] Después de 60 minutos, había una separación de fases de la fase de aceite individuo con un separador (tal como se describió anteriormente).

[0158] Como referencia (experimento de referencia [RV]), 1 kg de la fase lipídica prepurificada se incubó con un secador de vacío (VC-130SC, Cik, Alemania) a una temperatura de 85°C durante un período de 120 minutos y se secó bajo una presión de 0,01 Pa.

[0159] Después del tratamiento de adsorción de acuerdo con las pruebas de 1,1 a 1,12 y el tratamiento de complejos de acuerdo con los ensayos 2,1 a 2,10 en cada caso con 1 litro de la fase de aceite tratado se extrajo y proporcionan agua desmineralizada con 50 ml y se agitó con un mezclador de agitación a una velocidad de 500 rpm durante 10 minutos a una temperatura de 25°C. A esto le sigue una separación centrífuga a 3.000 × g durante 10 minutos. Esto fue seguido por una nueva determinación del contenido de agua de estas fases de aceite, así como una evaluación de la turbidez (para la ejecución, ver métodos de medición). Además, se tomaron muestras de 10 ml de las fases de aceite tratadas, una de las cuales se congeló inmediatamente (D 0) y la segunda se almacenó en un recipiente abierto a la luz del día durante 120 días (D120). Luego, la determinación del valor de anisidina (procedimiento descrito en métodos de medición), para el cual las muestras D0 se descongelaron nuevamente y se analizaron en una muestra con las muestras almacenadas (D120).

[0160] Los resultados (los resultados numéricos se resumen en la Tabla 1,3 (Figura 1)): Con los éteres de celulosa utilizados según la invención (experimento 1.1) y con el caolín utilizado según la invención (experimento 1.4) se pudo obtener una muy buena clarificación de los aceites refinados acuosos. Los otros adsorbentes utilizados en los experimentos 1,2, 1,3, 1,5 y 1,6 no permitieron una clarificación satisfactoria. Investigaciones adicionales sobre los éteres de celulosa de acuerdo con la invención de acuerdo con los Experimentos V 1.7 a V 1.12 confirman la

eliminación de la turbidez de la fase de aceite purificada utilizando diferentes relaciones molares. En la etapa de refinación acuosa de acuerdo con la invención, los compuestos de aluminio disueltos de los Experimentos V 2.1, V 2.2, V2.8 a V 2.10 también muestran una clarificación completa de las fases de aceite prepurificado y, en menor medida, soluciones de iones férricos disueltos (V2.3), mientras que otros iones metálicos (experimento V 2.4 a V 2.7) que se disocian en una solución acuosa, no permitieron esto.

[0161] Después de la agitación repetida con agua, seguido por separación de fases centrífuga, se mostró que solo se llegaba a un tratamiento según la invención con un medio de adsorción o complejación solamente a una entrada muy baja del agua en las fases lipídicas refinadas, por lo que estas fases de aceite también eran claras. Esto no fue el caso con las sustancias alternativas utilizadas. También era posible un reingreso de agua si el aceite pre-limpiado solo había sido sometido a secado al vacío. El petróleo crudo contenía productos de oxidación secundarios, que fueron eliminados en gran parte por el proceso de refinación acuosa. Al tratar la fase lipídica prepurificada con los agentes de adsorción o complejación de acuerdo con la invención, el contenido de productos de oxidación secundarios se redujo a un rango ya no medible (relacionado con el método). Por las sustancias de comparación, los productos de oxidación secundaria se redujeron solo ligeramente o incluso aumentaron. La exposición al oxígeno atmosférico y la radiación lumínica produjeron productos de oxidación secundaria en todos los aceites. Las diferencias entre las fases oleosas tratadas con los compuestos de acuerdo con la invención y las que no habían sido tratadas o comparadas con los compuestos de comparación eran aún significativamente mayores después de 90 días que en el caso del tratamiento inicial.

Ejemplo 2

[0162] A partir de una conversión por fermentación de materiales de desecho orgánicos, seguido por transesterificación de la mezcla de material lipóide general, se obtuvo 50 litros de fase orgánica (aprox. éster metílico de ácido graso al 98%). La refinación acuosa se llevó a cabo básicamente en las mismas condiciones de mezcla y separación que se enumeran en el Ejemplo 1. En la primera etapa, se utiliza un 2% en volumen de una solución de metasilicato al 15% en peso, la temperatura de reacción se desvía a 50°C. La fase oleosa separada A estaba moderadamente turbia. La segunda etapa de refinación se llevó a cabo con una solución de arginina molar al 0,6% en volumen. La temperatura de reacción fue de 28°C. La fase oleosa obtenida B estaba muy turbia. En cada caso, muestras para análisis (determinación de los índices de aceite según métodos de medición). Se refinaban 30 kg del biodiesel pre-limpiado aún más con los adsorbentes enumerados a continuación. En este caso, los adsorbentes enumerados a continuación se agregaron en pruebas mutuamente independientes de 1,5 kg cada una. Se secó una muestra por secado al vacío como se enumera en el Ejemplo 1.

Tabla 2.1

V.-Nº	Adsorbente	Cantidad
1.1	Hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2)	1,0 g
1.2	Hidroxietilcelulosa (H 60000 YP2)	1,0 g
1.3	Metilhidroxietil-celulosa (MHS 300000 P4)	1,5 g
1.4	Metilhidroxipropilcelulosa (90SH-1.00000)	1,5 g
1.5	Hipromelosa 2910	3,0 g
1.6	Metil hidroxietil celulosa (MCE 100TS)	3,0 g
1.7	Hidroxietilcelulosa (HX 6000 YG4)	3,0 g
1.8	caolín	3,0 g

[0163] Además, la adición de tricloruro de aluminio que se disolvió en un agua baja de iones en la concentración de 0,01, 0,05 y 0,1 molar (números de prueba 2,1 a 2,3), así como cloruro de polialuminio ($\text{Al}_2(\text{OH})_{2,1}\text{Cl}_{3,9} \times 2-3 \text{ H}_2\text{O}$), que estaba presente en las mismas concentraciones en una solución acuosa (números de prueba V 2,4 a V 2,6), agregando en cada caso 10 ml a las soluciones. Las sustancias se mezclaron con un mezclador manual durante un período de 5 minutos. Después, las muestras se dejaron reposar durante 30 minutos. La mezcla se centrifugó luego con una centrifugadora a 3.000 rpm durante un período de 7 min. Las fases de aceite se vertieron en los adsorbentes, y en las extracciones acuosas se retiraron las fases de aceite. Para una muestra de la fase oleosa prepurificada (V1,9), el secado al vacío se llevó a cabo como se indica en el Ejemplo 1. Posteriormente, se realizó una entrada de agua desmineralizada en las fases de aceite obtenidas de la misma manera que se describe en el Ejemplo 1 para todas las muestras. El análisis del contenido de agua y la turbidez de las fases orgánicas se llevaron a cabo como se describe en el Ejemplo 1 o bajo métodos de medición.

[0164] Resultados: Tanto con los éteres de celulosa relacionados con adsorbente y el silicato de capa que contiene aluminio y las soluciones que contienen iones de aluminio relacionadas con complejación, una aclaración completa de las causas de fase de lípidos (Tabla 2.2 (Figura 2)), de modo que todas las fases de aceite refinadas fueron finalmente transparentes. Por consiguiente, la humedad residual en todas las muestras a las que se habían añadido los adsorbentes estaba en un rango entre 0,01 y 0,09% en peso y entre 0,01 y 0,14% en peso de los aceites

tratados con los agentes complejantes.

[0165] Después de la reentrada de agua, hubo en las muestras que se habían tratado con las concentraciones más bajas de agentes complejantes valores de reutilización del agua ligeramente más altos que las muestras tratadas con concentraciones más altas de las sustancias. Una eliminación del agua residual del aceite pre-limpado también podría llevarse a cabo con un secado al vacío, pero en esta fase de aceite una reentrada de agua fue lo más importante posible. En la fase acuosa de los agentes complejantes separados, partículas agregadas fueron reconocibles cuya cantidad no difirió entre las concentraciones seleccionadas.

Ejemplo 3

[0166] 500 kg de aceite de prensa *Jatropha* se refinó en varias etapas acuosas, la tecnología de proceso era sustancialmente igual al Ejemplo 1. El refinado acuoso se llevó a cabo básicamente en las mismas condiciones de mezcla y separación que se enumeran en el Ejemplo 1. En contraste, en la primera etapa, se utilizó un 4% en volumen de una solución de borato de sodio al 8% en peso introducida a 25°C con un agitador de hélice. La fase oleosa separada A estaba discretamente turbia. La segunda etapa de refinación se llevó a cabo con una adición de 3% en volumen de una solución de bicarbonato de sodio al 5% en peso a 50°C. Nuevamente, la entrada se realizó con un agitador de hélice durante 30 minutos. El aceite resultante B estaba ligeramente turbio. La tercera etapa de refinación acuosa se llevó a cabo con un 2% en volumen de una solución de ortometasilicato al 12% en peso. La fase oleosa resultante C estaba moderadamente turbia. En la cuarta etapa de refinación, se introduce un 2% en volumen de una solución de arginina 0,3 molar, como se describe en el Ejemplo 1, a través de una mezcla intensiva. La temperatura de reacción fue de 32°C. La fase oleosa prepurificada D obtenida fue muy turbia. En cada caso, tuvo lugar la aceptación de muestras para su análisis y la disminución adicional de una muestra de referencia (VR) en la que tuvo lugar un secado al vacío, como se describe en el Ejemplo 1. Para el aceite seco, se intentó volver a introducir el agua de acuerdo con el Ejemplo 1. (Determinación de índices de hidrocarburos según métodos de medición).

Las muestras de aceite tuvieron los resultados que se muestran en la Tabla 3.1 a continuación.

Tabla 3.1

	Crudo	Fase oleosa A	Fase oleosa B	Fase oleosa C	Fase oleosa D
Contenido de fósforo [ppm]	252	87	18	6	0,8
Magnesio [ppm]	56	39	1,2	0,5	0,01
Ácidos grasos libres [% en peso]	1,4	1,2	0,7	0,15	0,04
Contenido de agua [% en peso]	1,2	1,5	2,4	3,2	4,6
Turbidez de aceite	1	1	1-2	3	3
Wdh. = Entrada repetida de agua; Nubosidad del aceite: 1 = transparente, 2 = ligeramente nublado, 3 = moderadamente nublado, 4 = muy nublado, 5 = lechoso; nd = no realizado.					

[0167] No se investigaron las siguientes metilcelulosas: V 1. Hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2), V 2 Metilhidroxipropilcelulosa (90SH-100.000) 3. Hidroxietilcelulosa V (H 60000 YP2) (con diferentes dosis con relación en peso de celulosa/aceite (m/m)) Celulosa: fase lipídica: a) 1: 99, b) 1: 499 y c) 1: 999. Además, en el Experimento V 4, se añadió polvo de caolín en una proporción de cantidad (adsorbente/aceite (m/m) de a) 1: 499 y b) 1: 999 al aceite purificado. Además, se examinaron varias relaciones de volumen de una solución de tricloruro de aluminio (Experimento 5) y poli(cloruro de aluminio) (Experimento 6) que tienen una concentración de 1,5 molar cada una. La adición medida se llevó a cabo en la proporción a) 1:99, b) 1: 999 y c) 1: 9999. La mezcla de la fase oleosa con las preparaciones de celulosa y el caolín se llevó a cabo con un agitador de hélice, la introducción de las soluciones acuosas con un ultrathurax 9.000 rpm.

[0168] La determinación de la humedad en el aceite y la turbidez de aceite (véase métodos de ensayo) tuvo lugar tras las etapas de refinado y como se describe de acuerdo con la invención, y después de una entrada de agua renovada y consiguiente separación centrífuga de la fase acuosa en el Ejemplo 1.

Tabla 3.2

	Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Wdh, Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez
V 1 a)	0,01	1	0,03	1
V 1 b)	0,02	1	0,06	1
V 1 c)	0,09	1	0,14	1
V 2 a)	0,01	1	0,09	1
V 2 b)	0,02	1	0,06	1
V 2 c)	0,12	1	0,16	1
V 3 a)	0,05	1	0,09	1
V 3 b)	0,08	1	0,12	1
V 3 c)	0,12	1	0,15	1
V 4 a)	0,03	1	0,06	1
V 4 b)	0,10	1	0,13	1
V 5 a)	0,01	1	0,02	1
V 5 b)	0,03	1	0,04	1
V 5 c)	0,07	1	0,12	1
V 6 a)	0,02	1	0,02	1
V 6 b)	0,03	1	0,04	1
V 6 c)	0,04	1	0,07	1
VR	0,01	1	0,95	1-2
Turbidez del aceite: 1 = transparente, 2 = ligeramente nublado, 3 = moderadamente nublado, 4 = muy nublado, 5 = lechoso				

Resultados:

[0169] Las preparaciones de celulosa investigadas mostraron en las fases oleosas turbias contenidas en la refinación en agua, en todas las relaciones de volumen seleccionadas, una eliminación de la turbidez hidratada, de manera que el agua obtenida contenida de los aceites refinados eran todos $\leq 0,12\%$ en peso. En consecuencia, las fases oleosas así tratadas fueron todas transparentes. Después de la introducción renovada de agua, seguida de una separación renovada de la fase centrífuga, los aceites tratados con la menor cantidad de ésteres de celulosa mostraron un ligero aumento en el contenido de agua (máximo 0,16% en peso). Incluso en el caso de los procesos de formación de complejos de acuerdo con la invención con iones de aluminio disueltos, se produjo una reducción completa de la turbidez con una reducción similarmente buena de la humedad del aceite en todas las proporciones investigadas. Incluso después de la entrada renovada de agua, el contenido de humedad del aceite en todas las concentraciones fue $<0,13\%$ en peso, correspondientemente, las fases de aceite fueron transparentes. Un resultado similar fue encontrado para el caolín. Al secarse al vacío, la humedad del aceite también podría reducirse; con este aceite, era posible una entrada de agua relevante.

Ejemplo 4:

[0170] Para las investigaciones, se obtuvieron los siguientes aceites prensados en frío: colza, semillas de girasol y semillas de uva relacionadas con los datos característicos: para colza: contenido de fósforo 4,2 ppm (o 4,2 mg/kg), calcio 25 ppm (o 25 mg/kg), hierro 2,1 ppm (o 2,1 mg/kg), ácidos grasos libres 1,0% en peso, y para semillas de girasol: contenido de fósforo 7,2 ppm (o 7,2 mg/kg), calcio 28 ppm (o 28 mg/kg), hierro 2,3 ppm (o 2,3 mg/kg), ácidos grasos libres 1,2% en peso y para semillas de uva: contenido de fósforo 3,8 ppm (o 3,8 mg/kg), calcio 12 ppm (o 12 mg/kg), hierro 1,1 ppm (o 1,1 mg/kg), ácidos grasos libres 0,8% en peso. Todos los aceites crudos estaban claros. Por cada 2.000 ml de los aceites, se agregaron 60 ml de una solución de arginina 0,5 molar. Mezclar con un Ultrathurrax T18 a 24 TDS rpm durante 5 minutos. Luego, centrifugue la emulsión de agua en aceite en una taza giratoria a 5.000 rpm durante 10 minutos. Las fases de aceite prepurificadas obtenidas tienen las siguientes proporciones para RO: Contenido de fósforo 1,2 ppm (o 1,2 mg/kg), calcio 0,9 ppm (o 0,9 mg/kg), hierro 0,08 ppm (o 0,08 mg/kg), ácidos grasos libres 0,2% en peso, para semillas de girasol: contenido de fósforo 0,8 ppm (o 0,8 mg/kg), calcio 0,2 ppm (o 0,2 mg/kg), hierro 0,05 ppm (o 0,05 mg/kg), ácidos grasos libres 0,13% en peso y para semillas de uva: contenido de fósforo 0,5 ppm (o 0,5 mg/kg), calcio 0,02 ppm (o 0,2 mg/kg), hierro $<0,002$ ppm (o $<0,002$ mg/kg), ácidos grasos libres al 0,011% en peso. Todos los aceites obtenidos son moderadamente a significativamente turbios. (Determinación de índices de hidrocarburos según métodos de medición).

[0171] Se añaden 200 ml de cada uno de los aceites prepurificados a la hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2) (V 1) y metilhidroxipropilcelulosa (90SH-1.00000) (V 2) en una proporción en peso del adsorbente al aceite de 1:499. Además, el polvo de caolín (V3) se agrega en una relación en peso de adsorbente a aceite de 1:199. Además, se

agregó una solución 0,5 molar de dicloruro de aluminio (V 4), sulfato de aluminio (V 5) y sulfato de hidrócloruro de hidróxido de polialuminio (V6), una relación en peso de la solución de agente complejante al aceite de 1:99. La adsorción y el agente complejante se mezclan continuamente con un agitador de hélice a una frecuencia de rotación de 500 rpm después de la adición completa inicial. Después de 10 minutos, b) después de 15 minutos, c) después de 30 minutos y d) después de 60 minutos, cada 10 ml de las fases de aceite agitadas se retiran y se centrifugan (3.800 rpm/5 minutos) de la fase sólida o acuosa separada. Posteriormente, una determinación de la transparencia óptica y el contenido de agua (ver métodos de medición). Una muestra comparativa del aceite prepurificado agregado al aceite en una relación de peso de 1:99 de agua libre de iones también se agitó con el agitador, de la cual al final del período de estudio se preparó una muestra de secado al vacío como se describe en el Ejemplo 1, eliminado (V 7) y posteriormente ensayado para la transparencia y el contenido de agua, así como para la replicabilidad del agua.

[0172] En todos los experimentos, en el momento final en cada caso se eliminaron 2 muestras (20 ml) (en V7 experimental después del secado del aceite) y llenado en recipientes herméticos. Cada muestra se congeló (D0), la segunda se dejó reposar a la luz del día durante 90 días a temperatura ambiente (D90). Después de 90 días, se determinó el valor de anisidina para todas las muestras almacenadas y descongeladas desde el momento D0 (consulte métodos de medición).

Tabla 4.1

Aceite de colza						
	Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Wdh, Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez	Anisidina (D0)	Anisidina (D90)
Aceite pre-limpiado	2,3	2-3	ND	ND	ND	ND
V 1 a)	0,98	1-2	1,00	1-2	ND	ND
V 1 b)	0,65	1	0,92	1-2	ND	ND
V 1 c)	0,05	1	0,10	1	ND	ND
V 1 d)	0,01	1	0,02	1	0,5	6,3
V 2 a)	0,82	1	0,95	1	ND	ND
V 2 b)	0,07	1	0,15	1	ND	ND
V 2 c)	0,05	1	0,16	1	ND	ND
V 2 d)	0,02	1	0,04	1	0,5	6,1
V 3 a)	1,84	2	2,32	2	ND	ND
V 3 b)	1,25	1-2	1,65	1-2	ND	ND
V3 c)	0,95	1	1,15	1-2	ND	ND
V 3 d)	0,04	1	0,10	1	0,5	5,9
V 4 a)	1,23	1-2	1,48	1-2	ND	ND
V 4 b)	0,52	1	0,76	1	ND	ND
V4 c)	0,06	1	0,08	1	ND	ND
V 4 d)	0,02	1	0,04	1	0,9	7,3
V 5 a)	1,34	1-2	1,67	1-2	ND	ND
V 5 b)	0,32	1	0,45	1	ND	ND
V 5 c)	0,07	1	0,12	1	ND	ND
V5 d)	0,04	1	0,07	1	0,5	5,5
V 6 a)	0,65	1	0,82	1	ND	ND
V 6 b)	0,12	1	0,25	1	ND	ND
V 6 c)	0,06	1	0,07	1	ND	ND
V 6 d)	0,01	1	0,04	1	0,5	6,5
V7	0,03	1	2,86	2	0,8	16
Wdh, = Entrada repetida de agua; Turbidez del aceite: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio, 4 = muy turbio, 5 = lechoso; nd = no realizado,						

Tabla 4.2

Aceite de semilla de girasol						
	Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Wdh, Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez	Anisidina (D0)	Anisidina (D90)
Aceite pre-limpiado	3,4	3	ND	ND	ND	ND
V 1 a)	1,62	1-2	1,73	2	ND	ND
V 1 b)	0,83	1	1,22	1-2	ND	ND
V 1 c)	0,12	1	0,19	1	ND	ND
V 1 d)	0,05	1	0,09	1	0,5	5,1
V 2 a)	1,82	2	2,11	2	ND	ND
V 2 b)	0,93	1	1,12	1-2	ND	ND
V 2 c)	0,13	1	0,19	1	ND	ND
V 2 d)	0,05	1	0,08	1	0,5	4,9
V 3 a)	1,98	2	2,31	2	ND	ND
V 3 b)	1,34	1-2	1,68	1-2	ND	ND
V3 c)	0,12	1	0,23	1	ND	ND
V 3 d)	0,09	1	0,12	1	0,5	5,1
V 4 a)	2,13	2	2,75	2	ND	ND
V 4 b)	1,88	2	2,13	2	ND	ND
V4 c)	1,00	1	1,65	2	ND	ND
V 4 d)	0,11	1	0,18	1	0,5	6,9
V 5 a)	1,1	1-2	1,34	1-2	ND	ND
V 5 b)	0,45	1	0,66	1	ND	ND
V 5 c)	0,08	1	0,14	1	ND	ND
V5 d)	0,06	1	0,08	1	0,5	5,4
V 6 a)	0,92	1	1,12	1-2	ND	ND
V 6 b)	0,19	1	0,29	1	ND	ND
V 6 c)	0,08	1	0,12	1	ND	ND
V 6 d)	0,05	1	0,06	1	0,5	4,3
V7	0,07	1	3,75	3	1,1	18

Wdh, = Entrada repetida de agua; Nubosidad del aceite: 1 = transparente, 2 = ligeramente nublado, 3 = moderadamente nublado, 4 = muy nublado, 5 = lechoso; nd = no realizado,

Tabla 4.3

Aceite de uva						
	Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Wdh. Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez	Anisidina (D0)	Anisidina (D90)
Aceite pre-limpiado	3.64	3	ND	ND	ND	ND
V 1 a)	1,52	1-2	1,98	2	ND	ND
V 1 b)	0,92	1	1,34	1-2	ND	ND
V 1 c)	0,21	1	0,34	1	ND	ND
V 1 d)	0,02	1	0,09	1	0,5	6,2
V 2 a)	1,65	1-2	1,95	2	ND	ND
V 2 b)	1,12	1-2	1,34	1-2	ND	ND
V 2 c)	0,36	1	0,68	1	ND	ND
V 2 d)	0,03	1	0,10	1	0,5	5,8
V 3 a)	1,61	2	2,21	2	ND	ND
V 3 b)	1,34	1-2	1,85	1-2	ND	ND
V3 c)	0,43	1	0,82	1	ND	ND
V 3 d)	0,09	1	0,16	1	0,5	6,1
V 4 a)	2,55	2	3,10	3	ND	ND

Aceite de uva							
		Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Wdh, Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez	Anisidina (D0)	Anisidina (D90)
5	V 4 b)	1,91	2	2,70	3	ND	ND
	V4 c)	1,23	1-2	1,45	1-2	ND	ND
	V 4 d)	0,02	1	0,04	1	0,8	7,2
10	V 5 a)	1,62	1-2	1,78	1-2	ND	ND
	V 5 b)	0,42	1	0,65	1	ND	ND
	V 5 c)	0,13	1	0,21	1	ND	ND
15	V5 d)	0,02	1	0,08	1	0,5	5,2
	V 6 a)	0,91	1	1,02	1	ND	ND
	V 6 b)	0,22	1	0,27	1	ND	ND
	V 6 c)	0,09	1	0,17	1	ND	ND
	V 6 d)	0,04		0,07	1	0,5	6,1
	20	V7	0,09	1	3,84	3	1,2
Wdh, = Entrada repetida de agua; Turbidez del aceite: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio. 4 = muy turbio. 5 = lechoso; nd = no realizado.							

25 **[0173]** Resumen: Pre-purificado por fase de aceite de secado al vacío, se consigue una muy buena reducción de la humedad residual, pero hay una re-transferibilidad significativa de agua. Los agentes de adsorción y complejación investigados conducen a una rápida reducción de la turbidez de las fases de aceite purificado. Esto se asoció con una reducción significativa en la reapplicabilidad del agua en la fase de aceite. Mientras que los aceites prepurificados y secos aún contenían productos de oxidación secundarios, las fases de aceite refinado no contenían productos de oxidación secundarios que pudieran determinarse mediante el método de la p-anisidina. En el transcurso de 90 días, los aceites prepurificados y secos formaron productos de oxidación mucho más secundarios que las fases de aceite que se habían mejorado con los agentes de adsorción o complejación.

Ejemplo 5:

35 **[0174]** Estudio sobre la influencia de pre-limpieza de una fase lipídica en la capacidad de extracción de la materia suspendida.

40 **[0175]** Aceite de prensa de camelina sativa con los ratios (determinación de las proporciones de aceite de acuerdo con los métodos de medición) de acuerdo con la tabla

5.1, fue refinado en agua mediante los siguientes procedimientos:

45 V 1: Ácido fosfórico (85% de concentración en peso, cantidad de adición 0,4% en peso, duración de la acción 30 minutos), luego solución acuosa con carbonato de sodio (20% de concentración en peso, cantidad de adición 3% en volumen, tiempo de exposición 5 minutos)

V 2: Ácido fosfórico (85% de concentración en peso, cantidad de adición 0,4% en peso, tiempo de exposición 30 minutos), luego solución acuosa con carbonato de sodio (20% de concentración en peso, cantidad de adición 3% en volumen, tiempo de exposición 5 minutos), luego solución acuosa con arginina (0,3 molar, cantidad de adición 2% por volumen, tiempo de exposición 5 minutos)

50 V 3: Ácido fosfórico (85% en peso, cantidad de adición 0,4% en peso, duración de la acción 30 minutos), luego solución acuosa con hidrogenocarbonato de sodio (20% en peso, cantidad de adición 3% en volumen, tiempo de exposición 5 minutos), luego solución acuosa con hidróxido de sodio (1N, cantidad de adición 3%, tiempo de exposición 5 minutos)

55 V 4: Solución acuosa de bicarbonato de sodio (20% en peso, cantidad agregada 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego ácido fosfórico (85% en peso, cantidad agregada 0,4 % en peso, tiempo de exposición 30 minutos)

60 V 5: Solución acuosa de bicarbonato de sodio (20% en peso, cantidad agregada 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego ácido fosfórico (85% en peso, cantidad agregada 0,4% en peso, tiempo de exposición 30 minutos), luego solución acuosa con arginina (0,3 molar, cantidad de adición 2% en volumen, tiempo de exposición 5 minutos)

V 6: Solución acuosa de carbonato de sodio (20% en peso, cantidad agregada 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego ácido fosfórico (85% en peso), cantidad de adición 0,4% en peso, tiempo de exposición 30 minutos, luego solución acuosa con hidróxido de sodio (1N, cantidad de adición 3%, tiempo de exposición 5 minutos)

65 V 7: Solución acuosa de bicarbonato de sodio (20% en peso, agregado en volumen 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego solución acuosa de metasilicato de sodio (20% en peso, cantidad agregada 2%,

tiempo de exposición 5 minutos)

V 8: Solución acuosa de bicarbonato de sodio (20% en peso, cantidad de adición 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego solución acuosa de metasilicato de sodio (20% en peso, cantidad de adición 2%, tiempo de exposición 5 minutos), luego solución acuosa con arginina (0,3 molar, cantidad de adición 2) % Vol, tiempo de exposición 5 minutos)

V 9: Solución acuosa de bicarbonato de sodio (20% en peso, volumen agregado 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego solución acuosa de metasilicato de sodio (20% en peso, cantidad agregada 2%, tiempo de exposición 5 minutos), luego ácido fosfórico (85 % en peso, cantidad añadida 0,4% en peso, tiempo de exposición 30 minutos)

V 10: solución acuosa de bicarbonato de sodio (20% en peso, cantidad agregada 3% en volumen, tiempo de exposición 30 minutos), luego solución acuosa de metasilicato de sodio (20%). % en peso, cantidad de adición 2%, tiempo de exposición 5 minutos), luego solución acuosa con hidróxido de sodio (1N, cantidad de adición 3%, tiempo de exposición 5 minutos)

[0176] Se añadieron soluciones acuosas, así como el ácido fosfórico diluido a las concentraciones y cantidades indicadas a cada 10 litros de petróleo crudo y se homogeneizó con un mezclador intensivo (Ultraturrax, T50, 10 TSD rpm durante 5 minutos). Posteriormente, la separación de fases con un separador (OTC 350, MKR, Alemania) (tasa de suministro 30 L/h, frecuencia del tambor 10.000 rpm). A continuación, se toma una muestra para la determinación de los números característicos (Tabla 5.1).

Tabla 5.1

	Crudo	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V 10
Contenido de fósforo [ppm]	16,2	3,3	0,92	2,9	6,5	1,4	4,6	5,12	1,1	6,3	4,92
Calcio (mg/kg)	29,2	0,93	0,06	0,82	4,23	0,05	1,45	4,34	0,23	0,73	4,01
Hierro (mg/kg)	2,2	0,05	0,02	0,05	1,12	0,04	0,23	1,32	0,05	0,08	1,12
Ácidos carboxílicos (% en peso)	1,2	0,48	0,02	0,32	0,92	0,11	0,33	0,45	0,12	0,85	0,4
Contenido de agua [% en peso]	1,18	1,82	3,61	2,22	0,21	2,55	1,92	2,32	3,83	0,32	2,45
Turbidez oleosa	1	1-2	2-3	2	1	2	2	2	3	1	2
Turbidez oleosa: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio, 4 = muy turbio, 5 = lechoso											

[0177] Por 1.000 g de las fracciones de aceite purificadas previamente se mezclaron con los siguientes adsorbentes y agentes complejantes:

- a) Hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2) 0,5% en peso
- b) Metilhidroxipropilcelulosa (90SH-1.00000) 0,5% en peso
- c) Caolín (1,5% en peso)
- d) Solución de cloruro de aluminio (3 molar, cantidad de adición 1% en volumen))
- e) Solución de cloruro de polialuminio (9% en peso, cantidad agregada 1% en volumen)

[0178] La mezcla de la compensación con aceites de adsorción o de complejos se llevó a cabo con un agitador de hélice 300 rpm durante 30 minutos. A esto le siguió una separación de fases con una centrífuga de vaso (4000 rpm, 5 minutos). Posteriormente, tomando muestras para determinar las proporciones (Tabla 5.2 (Figura 3)).

Resumen (resumen numérico en la Tabla 5.2 como Figura 3):

[0179] En el proceso de refinado acuoso relacionado en los aceites permanecieron cantidades significativas de agua en diversos grados. Con una nueva entrada de agua y la separación centrífuga de la fase de agua se mantuvo en todas las fases de aceite pre-limpiadas, una cantidad algo igual de agua en el aceite. El uso de acuerdo con la invención de los agentes de adsorción o complejación ha llevado, en el caso de aceites refinados que tienen un mayor contenido de agua, a una reducción óptima del contenido de agua residual. Al mismo tiempo, se redujo la capacidad de reingreso del agua en todos los aceites, el efecto fue significativamente mayor para los aceites refinados pre-limpiados con solución de arginina, y especialmente cuando la última etapa de refinación acuosa fue con una solución de arginina. Tuvo lugar un agotamiento de la turbidez significativamente más pobre, con una re-aplicabilidad significativamente mayor del agua en la fase de aceite refinado, cuando se llevó a cabo una etapa de lavado ácido antes de la aplicación de las sustancias de acuerdo con la invención.

Ejemplo 6:

[0180] Investigaciones de pérdida de producto por adsorción y agentes complejantes.

[0181] El aceite de mostaza (20 litros) con los datos de clave (determinación de las proporciones de aceite de acuerdo con los métodos de medición): contenido de fósforo 16,2 ppm (o 16,2 mg/kg), calcio 8,4 ppm (o 8,4 mg/kg), hierro 0,56 ppm (o 0,56 mg/kg), ácidos grasos libres 0,9% en peso. Se trató con una deshidratación acuosa que consistía en una solución de ácido cítrico (25% en peso, 0,5% en peso añadido, tiempo de exposición 20 minutos) y una solución de arginina acuosa (0,4 molar, cantidad de adición del 3%), en donde se introdujeron soluciones acuosas por medio de un mezclador intensivo (Ultrathurax T50, 10 TSD rpm) durante 5 minutos. En cada caso, tuvo lugar la separación de fases con una centrifuga de vaso (4000 rpm, 5 minutos). El aceite purificado tenía las características: contenido de fósforo 0,7 ppm (o 0,7 mg/kg), calcio <0,02 ppm (o <0,02 mg/kg), hierro <0,02 ppm (o <0,02 mg/kg), ácidos grasos libres al 0,05% en peso. El aceite estaba moderadamente turbio y tenía un contenido de agua de 2,43% en peso. Para encontrar la dosis (dosis mínima), que permite una reducción del contenido de agua residual a un valor de <0,15% en peso y una reducción de la capacidad de reingreso (procedimiento experimental según el Ejemplo 1) de un contenido de agua a un valor de <0,25% en peso, en cada caso 1.500 g del aceite purificado fueron los adsorbentes a) hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2), b) hidroxietilcelulosa (H 60000 YP2), c) metilhidroxipropilcelulosa (90SH-1.00000) y d) caolín, en pasos de 0,2% en peso cada 10 minutos, con mezcla continua con un agitador de hélice (400 rpm). Antes de cada dosificación adicional, se tomó una muestra para el análisis del contenido de agua residual y la capacidad de reingreso del agua, se centrifugó después de 60 minutos y luego se analizó y procesó en consecuencia. De manera análoga, se determinó la dosis mínima para los agentes complejantes e) tricloruro de aluminio f) sulfato de aluminio y g) cloruro de polialuminio (9% en peso), en cada caso un 0,2% en peso de una solución 0,5 molar de los compuestos e) y f) se añadió una fase de aceite purificado, como se describe anteriormente. La preparación de la muestra y el análisis fueron como se describió anteriormente. Después de determinar la dosis mínima (consulte la Tabla 6.1 (FIGURA 4), se realizó un nuevo intento con los adhesivos o agentes complejantes agitándolos en la dosis mínima determinada respectiva durante 30 minutos en 500 ml de aceite prepurificado como se describe anteriormente. Como antes, los adhesivos estaban presentes como una masa friable sólida en el fondo de vidrio de la centrifuga, la fase oleosa se vertió y los tubos de la centrifuga se almacenaron en un gabinete de calentamiento a 50°C durante 12 horas para que el aceite residual pudiera drenar por completo y luego eliminar completamente la masa adsorbente y se suspende en 150 ml de n-hexano a 50°C durante 20 minutos. Después de ello, la filtración de la suspensión a través de un filtro de membrana (tamaño de malla 20 µm) y recogiendo la fase de disolvente, que posteriormente se concentró en un evaporador de vacío. Las fases acuosas del agente complejante se dedujeron cuidadosamente completamente después de centrifugación. Las fases de agua ligeramente turbias se agitan vigorosamente con 150 ml de n-hexano y las fases se separan por centrifugación, la fase de disolvente se elimina y se concentra como antes. Los residuos de disolventes se pesan y la masa resultante se fija en relación con la masa de la fase de aceite utilizada para determinar la pérdida de producto. Los residuos oleosos resultantes de la fase de hexano se toman como la fracción de triglicéridos descargados. Los resultados se enumeran en la Tabla 6.1 (Figura 4). Los extractos extraídos con celulosa de hexano se lavaron con otros disolventes. Se llevó a cabo un lavado con metanol. La fase se concentró por medio de la cual se realizó una cromatografía en capa fina para el análisis de fosfolípidos. En otro lavado con cloroformo, con una adición de HCL, se llevó a cabo una preparación de la muestra (metilación) para el análisis de ácidos grasos y se realizó un análisis cromatográfico de gases. En una lixiviación diferente con una mezcla de acetona y 1-pentanol, se llevó a cabo una preparación de la muestra para la determinación de la clorofila (método de determinación, ver métodos de medición)

Resumen (resultados numéricos en la Tabla 6.1 como Figura 4)

[0182] Con las dosis mínimas determinadas del agente de adsorción y complejante es posible una separación de turbideces sin pérdidas de producto por los agentes complejantes utilizados, por los adsorbentes utilizados, las turbideces se eliminan con una pérdida mínima de producto. Se podría demostrar que los ácidos grasos, ácidos de cera, fosfolípidos y clorofilas se eliminan del aceite con los adsorbentes.

Ejemplo 7:

[0183] El aceite de onagra (5000 ml) con los datos de clave (determinación de las proporciones de aceite de acuerdo con los métodos de medición): contenido de fósforo de fosfina 6,2 ppm (o 6,2 mg/kg), calcio 1,2 ppm (o 1,2 mg/kg) hierro 0,31 ppm (o 0,31 mg/kg), ácidos grasos libres 0,82% en peso (o 0,82 g/100g), se sometió a ultrafiltración con un filtro de membrana que tiene una medida de filtro nominal de 5 µm y sometido a un tamaño de pantalla de 0,45 µm. Se analizó una muestra del aceite transparente y los números se mantuvieron prácticamente sin cambios respecto al material de partida. Hubo una determinación de los componentes corpusculares en la fase de aceite por medio de DLS (para la descripción, ver métodos de medición). En el aceite filtrado solo estaban presentes cantidades mínimas de partículas, éstas tenían >90% de todas las partículas con un diámetro de <20 nm. El aceite crudo filtrado era ópticamente transparente, se determinó un contenido de agua de 0,41% en peso, por medio del ejemplo 1 que llevó a cabo el experimento llevó una entrada de agua, con un contenido de agua resultante del aceite de 2,62% en peso.

[0184] El aceite filtrado se dividió para los subsiguientes brazos de experimento: se introdujo a) refinación acuosa por medio de una solución de arginina (0,6 molar, cantidad de adición de 3% en volumen), que se llevó a cabo por la

solución acuosa por medio de un mezclador intensivo (Ultraturrax T18, 24 TSD rpm) durante 10 minutos; b) refinación acuosa, como en A), pero con una adición de mezcla mediante un agitador de hélice (500 rpm durante 10 minutos, C), la adición inmediata del agente adsorbente o complejante al aceite y la agitación como en B).

[0185] Siguiendo los refinados acuosos de los brazos de experimento A) y B), tiene lugar la separación de fases como en el Ejemplo 5 para dar la fase de aceite A1) y B1). Se determinaron los siguientes parámetros para el aceite pre-limpiado, para A1): contenido de fósforo 0,7 ppm (o 0,7 mg/kg), calcio 0,02 ppm (o 0,02 mg/kg), hierro <0,02 ppm (o <0,02 mg/kg), ácidos grasos libres al 0,08% en peso y para B1): contenido de fósforo 1,2 ppm (o 1,2 mg/kg), calcio 0,09 ppm (o 0,09 mg/kg), hierro 0,03 ppm (o 0,03 mg/kg), ácidos grasos libres 0,10% en peso. Ambos aceites estaban moderadamente turbios. En cada caso, la mitad de las fases de aceite prepurificado de A1) y B1), se llevó a cabo un secado al vacío, de modo que se obtuvieron las mismas fracciones en volumen, los pasos de aceite pre-limpiado A1) y B1) y las fases de aceite prepurificado y deshumidificado A2) y B2). La fase de aceite resultante A2) se redujo a la mitad y la mitad se devolvió para un experimento adicional llamado A4). Las fases oleosas A1), A2), B1) y B2) fueron los adsorbentes de hidroxietilcelulosa (H 60000 YP2) (a) y metilhidroxipropilcelulosa (90SH-1.00000) (b) (cada adición del 0,5% en peso) y agentes complejantes: tricloruro de aluminio (1,0 molar, 1% en peso de cantidad de adición) (c) y cloruro de polialuminio (9% en peso, 0,5% de cantidad de adición de adición) (d) se agregan. Se mezcló con un agitador de hélice (500 rpm durante 20 minutos) y luego se separó en una fase con una centrifuga de vaso (3800 rpm/10 minutos). Los sobrenadantes de aceite resultantes A1"), A2"), B1") y B2") se retiraron y se tomaron muestras para el análisis y para un intento de registro de agua, de acuerdo con el procedimiento experimental del Ejemplo 1. Las fases oleosas resultantes (A2") y B2") se mezclaron con una solución de arginina (0,1 molar, cantidad añadida del 2% en peso) y las fases se homogeneizaron con el mezclador intensivo (24 rpm, 2 minutos). Posteriormente, separación de fases como se describe anteriormente, para obtener las fases de aceite A3) y B3). Ambas fases de aceite estaban turbias, se tomaron muestras para su análisis. Posteriormente, los agentes de adsorción o complejación (a), (b), (c) y (d) se agregaron nuevamente a las fases de aceite prepurificado obtenidas A3) y B3) en las mismas relaciones de volumen y concentración que antes y se mezclaron como se describió anteriormente. A continuación, tiene lugar la separación de fases por centrifugación. De los aceites refinados y refinados resultantes A3") y B3"), se tomaron muestras para el análisis e investigación de la penetración de agua. El material obtenido después de la fase de aceite de refinación acuosa A4) se filtró con la unidad de filtro descrita anteriormente. La fase de aceite filtrada resultante A4f) tenía una turbidez más baja ópticamente. Se realizan muestras para el análisis y un intento de reintroducir el agua.

[0186] El aceite del brazo de experimento C), que después del tratamiento con el adsorbente o agentes complejantes en relaciones de volumen iguales y concentraciones con los mismos parámetros de proceso como en los brazos experimentales A) y B) y se obtuvieron después de la separación de fases como fases de aceite C", se analizó para determinar el contenido de agua y la capacidad de registro de agua como se describe anteriormente, y la fase de aceite C" se prepurificó luego mediante refinación acuosa con una solución de arginina de acuerdo con el procedimiento y los parámetros del proceso en el brazo experimental A). Después de la separación de fases, que se llevó a cabo de manera análoga a la mencionada anteriormente, se obtuvo la fase de aceite turbia prepurificada C1, disminución de las muestras para análisis y aplicabilidad con agua pura. El aceite C1 purificado previamente se agitó nuevamente en los agentes de adsorción o complejación (a), (b), (c) y (d) en las mismas relaciones de volumen y concentración que antes y bajo las mismas condiciones de proceso. Posteriormente, separación de fases para obtener la fase de aceite refinado y refinado C1") y muestras para análisis e introducción de agua, como se describió anteriormente.

[0187] En todas las fases oleosas prelimpiadas y refinadas, tuvo lugar paralelamente una valoración de la turbidez ópticamente determinada y la determinación de un valor de turbidez por un sistema de medición de turbidimetría (véase métodos de ensayo) para todas las fases de aceite pre-purificadas y refinadas. Además, en las fases de aceite refinado, las determinaciones de partículas o gotitas contenidas en este documento fueron hechas por DLS.

Resultados (los resultados numéricos se muestran en la Tabla 7 (Figura 5)):

[0188] Los adsorbentes de acuerdo con la invención, que se agregaron en forma anhidra a un aceite crudo ultrafiltrado, llevaron a una pequeña reducción del contenido de agua en el mismo. La incorporación de soluciones acuosas que contienen los agentes complejantes de la presente invención en una fase de aceite refinado ultrafiltrado pero no acuoso dio como resultado un aumento en el contenido de agua de la fase de aceite. Después de la separación centrífuga de los agentes de adsorción y complejación. En ambos casos, hubo una clara capacidad de registro de agua en la fase de aceite. Las fases de aceite pretratadas de esta manera, después de un posterior refinado acuoso, tuvieron valores igualmente altos para el agua unida aquí o para una introducción adicional de agua en la fase de aceite pre-purificada, como fue el caso cuando el aceite crudo se trató directamente con un refino acuoso similar. Por lo tanto, no se lleva a cabo una descarga relevante de turbidez por la introducción del agente de adsorción o complejación de acuerdo con la invención en un aceite crudo. El aceite que se había sometido a un refino acuoso de acuerdo con la invención y en el que la turbidez residual estaba presente en forma hidratada podría liberarse de la turbidez por los agentes de adsorción o complejación, por lo que se podría lograr un bajo contenido de humedad residual y una baja aplicabilidad del agua. Si las fases de aceite prepurificadas ya no contenían cantidades relevantes de agua debido al secado al vacío, no fue posible una descarga de turbidez relevante por los agentes de adsorción o complejación utilizados, como fue evidente por una clara recuperación de agua en las fases

de aceite tratadas. Si, en tal fase de aceite, se hubiera llevado a cabo una etapa de refinación acuosa adicional y las turbideces estuvieran presentes de nuevo en forma hidratada, era posible agotar las turbideces con los mismos agentes de adsorción o complejación, al tiempo que se mantenía un bajo contenido de humedad residual del aceite y una baja aplicabilidad del agua. en la fase de aceite. Una determinación de las partículas o gotitas contenidas en los aceites refinados mostró que menos del 5% de todas las partículas/gotitas medidas eran >20 nm para todas las muestras que se consideraron transparentes y tenían un valor de turbidez de 5 FTU. En las fases de aceite transparente y refinado, donde la medición de la turbidez arrojó valores de hasta 16 FTU, también hubo partículas/gotas con un pico a 60 nm, con una relación de menos del 5% a partículas/gotas <10 nm. Por lo tanto, se puede descartar en gran medida que los agregados o complejos formados por los compuestos utilizados o los propios agentes de agregación utilizados permanezcan en la fase de aceite refinado.

Ejemplo 8:

Aplicación a gran escala

[0189] 5.000 litros de aceite de colza de prensa se somete al siguiente esquema de una refinación acuosa: 1. Ácido fosfórico (85%, cantidad de adición del 0,4%), 2. Solución acuosa de carbonato de sodio (20% en peso, la cantidad de adición de 3% en peso 3. Solución acuosa con arginina (0,3 molar, cantidad añadida del 2% en peso). El ácido y las soluciones acuosas se homogeneizan por medio de un mezclador intensivo en línea (DMS2.2/26-10, Fluko, Fluid Kotthoff, Alemania) con un volumen de rendimiento de 3 m³/h, a una frecuencia rotacional de la herramienta de dispersión de 2.700 rpm. Después de cada etapa de mezcla, se realiza una separación de fases con un separador (AC1500-430 FO, Flottweg, Alemania) con un rendimiento de 3 m³/h y una velocidad del tambor de 6.500 rpm (aceleración centrífuga máxima de 10.000 × g). Las fracciones de aceite refinado se almacenan en cada caso en un contenedor de almacenamiento hasta la siguiente etapa de refinación. Después de la tercera etapa de purificación, el aceite tiene las siguientes características: contenido de fósforo 0,9 ppm (o 0,9 mg/kg), calcio <0,02 ppm (o <0,02 mg/kg), hierro <0,02 ppm (o <0,02 mg/kg), ácidos grasos libres 0,07% en peso, contenido de agua 2,9% en peso. (Realización, véase métodos experimentales). El aceite es considerablemente turbio. El aceite purificado a partir de 3.

[0190] La etapa de refinado se introduce en fracciones de 2 cada uno de 2.450 litros en el depósito de almacenamiento 1 y 3. Al tanque de reserva 1, se agregan 6,6 kg de hidroxietilcelulosa (H 200000 YP2), que está en forma de un polvo fino, con agitación continua con un agitador de hélice (400 rpm) durante 3 minutos y luego se agita durante 15 minutos. Posteriormente, la fase de aceite se bombea a una unidad de filtro de cartucho (tamaño de filtro de 2 µm) a través de una bomba. La salida de la unidad de filtro está conectada al tanque de almacenamiento 2 para el almacenamiento de la fase de aceite refinado.

[0191] Al aceite purificado en el tanque de alimentación 3 se añaden 46 litros de una solución 3 molar de tricloruro de aluminio. A través de una salida inferior del tanque de reserva, que está conectado a una tubería, la mezcla de aceite/agua se bombea a la unidad mezcladora de rotor-estator mencionada anteriormente y se mezcla allí a una frecuencia de rotación de 1.000 rpm con un rendimiento de producto de 6 m³/h. La fase de mezcla de aceite/agua se devuelve al tanque de almacenamiento 3 nuevamente. El proceso de mezcla se lleva a cabo durante 15 minutos, teóricamente un rendimiento de 3 veces el volumen total de la mezcla de aceite a través de la unidad de mezcla. A esto le sigue la separación de fases con el separador mencionado anteriormente, como se describió anteriormente. La fase de aceite se transfiere al tanque de almacenamiento 4 a través de una tubería. Las muestras se extraen de los tanques de almacenamiento 2 y 4 para su análisis. Ambas fases de aceite refinado son transparentes, el aceite del tanque de almacenamiento 2 contiene un contenido de humedad residual de 0,02% en peso, el del tanque de almacenamiento 4 de 0,03% en peso. Como se describe en el Ejemplo 1, se examina la reentrada del agua. Esto da como resultado un contenido de agua del aceite del tanque de alimentación 2 de 0,09% en peso y en el caso del aceite del tanque de alimentación 4 de 0,08% en peso.

REIVINDICACIONES

1. Un método para adsorber y extraer o complejar y extraer agentes inductores de turbidez lipófilos orgánicos de unión a agua de fases lipídicas afinadas refinadamente, **caracterizadas por**

- a) proporcionar una fase lipídica que contiene agentes inductores de turbidez lipófilos orgánicos de unión a agua, habiendo sido sometida la fase lipídica a al menos un refinado acuoso con una solución neutra o básica,
- b) mezclar un agente de adsorción y/o un agente complejante con la fase lipídica de la etapa a),
- c) separar los agentes inductores de turbidez lipófilos orgánicos ligantes al agua adsorbidos o complejados de la etapa b) por medio de una separación de fases,

en donde el agente de adsorción es celulosa, un derivado de celulosa o un filosilicato y el agente complejante es iones de aluminio o iones de hierro que están presentes en una solución acuosa.

2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** al menos un refinado acuoso se lleva a cabo en la etapa a) con una solución acuosa que contiene al menos un compuesto que contiene grupo de guanidina o grupo amidina que tiene un K_{OW} de <6,3.

3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que en la etapa c) se lleva a cabo una técnica de separación basada en sedimentación, centrifuga, basada en filtración o adsorción.

4. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el agente de adsorción y/o el agente complejante de la etapa b) se ha inmovilizado o unido en un tejido o en una textura, en el que el tejido o la textura es adecuado para complejación y/o adsorción y/o filtración de los agentes inductores de turbidez.

5. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** se obtiene una fase lipídica que contiene menos de 0,5% en peso de agua después de la etapa c).

6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la fase lipídica refinada acuosa es aceite de acai, aceite de acrocomia, aceite de almendra, aceite de babasú, aceite de semilla de grosella negra, aceite de semilla de borraja, aceite de colza, aceite de anacardo, aceite de ricino, aceite de coco, aceite de cilantro, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de crambe, aceite de linaza, aceite de semilla de uva, aceite de avellana, otros aceites de nuez, aceite de semilla de cáñamo, aceite de jatrofa, aceite de jojoba, aceite de macadamia, aceite de semilla de mango, aceite de cuco, aceite de mostaza, aceite de pezuña, aceite de oliva, aceite de palma, aceite de semilla de palma, aceite de oleína de palma, aceite de cacahuete, aceite de nuez, aceite de piña, aceite de pistacho, aceite de semilla de amapola, aceite de germen de arroz, aceite de cártamo, aceite de camelia, aceite de sésamo, aceite de manteca de karité, aceite de soja, aceite de girasol, aceite alto, aceite de tsubaki, aceite de nuez, variedades de aceites "naturales" con composiciones de ácidos grasos alteradas a través de organismos modificados genéticamente (OGM) o razas tradicionales, aceite de Neochloris oleoabundans, aceite de Scenedesmus dimorphus, aceite de Euglena gracilis, aceite de Phaeodactylum tricornutum, aceite de Pleurochrysis carterae, aceite de Prymnesium parvum, aceite de Tetraselmis chuii, aceite de Tetraselmis suecica, aceite de Isochrysis galbana, aceite de Nannochloropsis salina, aceite de Botryococcus braunii, aceite de Dunaliella tertiolecta, aceite de nanocloro, aceite de espirulina, aceite de clorofíceas, aceite de biciliariofita, una mezcla de los aceites precedentes y aceites animales (en particular, aceites animales marinos), aceites de algas o aceites de recuperaciones de salvado, tales como aceite de salvado de arroz y biodiesel.

7. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la fase lipídica refinada acuosa es aceite de colza, aceite de semilla de uva o aceite de girasol.

8. Uso del método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7 para eliminar y obtener agentes inductores de turbidez lipófilos orgánicos que se unen con agua.

9. El uso del método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para reducir la capacidad de recaptación de agua en una fase lipídica y/o para mejorar la vida útil del aceite o la estabilidad a la oxidación del aceite vegetal.

10. Fase lipídica obtenible según la reivindicación 6 o 7.

Figura 1

Tabla 1.3	Fósforo (mg/kg)	Calcio (mg/kg)	Hierro (mg/kg)	Índice de ácidez (% en peso)	Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Wdh. Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez	Anisidina (00)	Anisidina D120)
Crudo	820,0	42,4	26,2	1,2	1,1	1	n. d.	n. d.	6,3	87,5
Aceite Fase A	32,2	2,1	19,4	1,4	0,4	1	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
Aceite Fase B	16,1	1,9	3,1	0,6	1,2	2	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
Aceite Fase C	1,0	0,001	0,01	0,05	1,8	3	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
RV	1,0	0,001	0,01	0,05	0,07	1	1,40	2	1,3	36,9
V 1.1	1,0	0,001	0,01	0,02	0,01	1	0,04	1	0,5	6,1
V 1.2	1,0	0,001	0,01	0,05	1,70	2	1,90	2	1,1	32,8
V 1.3	1,0	0,001	0,01	0,05	1,80	2-3	1,80	2-3	0,9	29,1
V 1.4	1,0	0,001	0,01	0,05	0,03	1	0,09	1	0,9	12,7
V 1.5	1,0	0,001	0,01	0,05	1,50	2	1,60	2	1,5	38,7
V 1.6	1,0	0,001	0,01	0,05	1,60	2	1,80	2	1,6	35,2
V 1.7	1,0	0,001	0,01	0,05	0,04	1	0,12	1	0,7	14,1
V 1.8	0,5	0,001	0,01	0,01	0,01	1	0,03	1	0,5	6,4
V 1.9	1,0	0,001	0,01	0,05	0,08	1	0,15	1	0,8	11,8
V 1.10	1,0	0,001	0,01	0,03	0,01	1	0,02	1	0,5	4,9

V 1.11	1,0	0,001	0,01	0,05	0,05	0,05	1	0,14	1	0,7	8,8
V 1.12	1,0	0,001	0,01	0,03	0,02	0,02	1	0,04	1	0,5	6,1
V 2.1	1,0	0,001	0,01	0,05	0,01	0,01	1	0,02	1	0,5	6,2
V 2.2	1,0	0,001	0,01	0,05	0,03	0,03	1	0,05	1	0,5	7,4
V 2.3	1,0	0,001	0,01	0,05	0,12	0,12	1	0,28	1	0,7	18,9
V 2.4	1,0	0,055	0,01	0,05	1,32	1,32	2	1,78	2	1,3	34,8
V 2.5	1,0	0,001	0,01	0,05	1,43	1,43	2	1,89	2	1,1	31,4
V 2.6	1,0	0,001	0,01	0,05	1,50	1,50	2	1,73	2	1,5	40,1
V 2.7	1,0	0,001	0,01	0,05	1,64	1,64	2	1,75	2	1,3	37,9
V 2.8	1,0	0,001	0,01	0,05	0,05	0,05	1	0,08	1	0,5	7,0
V 2.9	1,0	0,001	0,01	0,05	0,03	0,03	1	0,05	1	0,5	16,1
V 2.10	1,0	0,001	0,01	0,03	0,01	0,01	1	0,03	1	0,5	5,9

Turbidez oleosa: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio, 4 = fuertemente turbio, 5 = lechoso

Figura 2

Tabla 2.2	Fósforo (mg/kg)	Hierro (mg/kg)	Magnesio (mg/kg)	Índice de ácidez (% en peso)	Contenido de agua (% en peso)	Turbidez	Contenido de agua (% en peso)	Wdh Turbidez
Crudo	56	25,2	16,5	2,4	1,1	1	n. d.	n. d.
Aceite Fase A	12	3,4	1,34	1,10	1,4	1	n. d.	n. d.
Aceite Fase B	1,1	0,05	0,06	0,11	1,9	2	n. d.	n. d.
V 1.1	0,7	0,01	0,02	0,04	0,01	1	0,03	1
V 1.2	0,7	0,02	0,03	0,05	0,03	1	0,04	1
V 1.3	0,8	0,04	0,05	0,05	0,09	1	0,10	1
V 1.4	0,8	0,01	0,02	0,07	0,08	1	0,11	1
V 1.5	0,9	0,04	0,03	0,08	0,06	1	0,13	1
V 1.6	0,8	0,03	0,05	0,07	0,05	1	0,09	1
V 1.7	0,8	0,02	0,04	0,06	0,08	1	0,12	1
V 1.8	0,8	0,01	0,02	0,05	0,08	1	0,13	1
V 1.9	1,1	0,01	0,02	0,04	0,02	1	1,30	2
V 2.1	0,9	0,05	0,06	0,08	0,14	1	0,19	1
V 2.2	0,8	0,05	0,04	0,09	0,09	1	0,12	1
V 2.3	0,8	0,02	0,03	0,06	0,01	1	0,02	1
V 2.4	0,8	0,04	0,02	0,07	0,10	1	0,15	1
V 2.5	0,8	0,05	0,06	0,07	0,07	1	0,09	1
V 2.6	0,7	0,03	0,06	0,05	0,01	1	0,02	1

Wdh. = Entrada de agua repetida; turbidez oleosa: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio, 4 = fuertemente turbio, 5 = lechoso; n. d. = no realizado

Figura 3

Tabla	Medio de extracción																	
	Aceite prelimpiado			a)			b)			c)			d)			e)		
Método de refinación	WG	TR	Wdh WG	WG	TR	Wdh WG	WG	TR	Wdh WG	WG	TR	Wdh WG	WG	TR	Wdh WG	WG	TR	Wdh WG
V 1	1,82	1-2	3,82	0,43	1	0,86	0,53	1	0,82	0,96	1	1,23	0,35	1	0,56	0,29	1	0,31
V 2	3,61	2 - 3	3,84	0,03	1	0,09	0,09	1	0,12	0,09	1	0,12	0,03	1	0,07	0,03	1	0,06
V 3	2,22	2	4,19	0,28	1	0,59	0,32	1	0,65	1,22	1-2	1,45	0,94	1	1,22	0,86	1	0,94
V 4	0,21	1	3,92	0,21	1	1,23	0,17	1	1,21	0,1	1	1,43	0,28	1	0,43	0,19	1	0,29
V 5	2,55	2	3,52	0,08	1	0,1	0,06	1	0,11	0,11	1	0,13	0,08	1	0,11	0,08	1	0,1
V 6	1,92	2	3,45	0,32	1	0,43	0,29	1	0,32	0,44	1	0,62	0,18	1	0,23	0,13	1	0,18
V 7	2,32	2	3,62	0,48	1	0,65	0,47	1	0,68	0,82	1	1,12	0,43	1	0,59	0,44	1	0,51
V 8	3,83	3	3,98	0,03	1	0,07	0,09	1	0,1	0,11	1	0,07	0,02	1	0,09	0,01	1	0,05
V 9	0,32	1	3,86	0,21	1	0,92	0,28	1	1,12	0,2	1	1,34	0,18	1	0,45	0,15	1	0,3
V 10	2,45	2	4,01	0,21	1	0,32	0,28	1	0,3	0,44	1	0,62	0,31	1	0,49	0,21	1	0,31

WG = Contenido de agua (% peso en agua); Wdh. = Entrada de agua repetida; turbidez oleosa: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio, 4 = fuertemente turbio, 5 = lechoso; n. d. = no realizado

Figura 4

Tabla 6.1	Medio de adsorción o complejación						
	a)	b)	c)	d)	e)	f)	g)
Dosis mínima	0,4 % en peso	0,6 % en peso	1,2 % en peso	1,4 % en peso	0,5 molar/ 0,4 % en peso	0,5 molar/ 0,8 % en peso	0,5 molar/ 0,2 % en peso
Pérdida de producto	0,05 % en peso	0,09 % en peso	0,11 % en peso	0,18 % en peso	0	0	0

Figura 5

Tabla 7		Aceite limpiado			Medio de extracción															
					a)				b)				c)				d)			
	Brazo experimental	WG	TR	Wdh WG	WG	TR	FTU	Wdh WG	WG	TR	FTU	Wdh WG	WG	TR	FTU	Wdh WG	WG	TR	FTU	Wdh WG
	A1)	2,45	2	3,82																
	A1")				0,01	1	5	0,06	0,04	1	7	0,08	0,03	1	5	0,05	0,02	1	5	0,03
	A2)	0,1	1	3,1																
	A2")				0,1	1	10	3,12	0,1	1	13	2,99	1,9	2	48	2,58	1,8	1-2	22	2,1
	A3)	2,55	2	2,92																
	A3")				0,02	1	5	0,03	0,03	1	5	0,06	0,05	1	5	0,07	0,03	1	5	0,02
	A4f)	1,82	2	2,81																
	B1)	2,22	2	3,53																
	B1")				0,11	1	12	0,15	0,13	1	15	0,16	0,11	1	11	0,14	0,08	1	9	0,13
	B2)	0,11	1	3,34																
	B2")				0,1	1	13	3,42	0,09	1	12	3,21	2,11	2	47	2,99	1,45	1-2	19	2,33
	B3)	2,5	2	3,12																
	B3")				0,09	1	8	0,11	0,12	1	12	0,17	0,09	1	9	0,12	0,08	1	7	0,1
	C")				0,32	1	16	2,58	0,3	1	14	2,24	1,45	1-2	22	2,41	1,78	1-2	18	2,1
	C1)	2,41	2	3,59																
	C1"				0,04	1	5	0,08	0,05	1	5	0,1	0,04	1	5	0,05	0,02	1	5	0,04

WG = Contenido de agua (% peso en agua); Wdh. = Entrada de agua repetida; turbidez oleosa: 1 = transparente, 2 = ligeramente turbio, 3 = moderadamente turbio, 4 = fuertemente turbio, 5 = lechoso; Unidades de medición de turbidimetría