

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 732 313**

51 Int. Cl.:

<b>A23D 9/04</b>	(2006.01)
<b>B01D 15/34</b>	(2006.01)
<b>C11B 3/10</b>	(2006.01)
<b>B01J 20/283</b>	(2006.01)
<b>B01J 20/285</b>	(2006.01)
<b>B01J 20/28</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.08.2012 PCT/MY2012/000240**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **08.08.2013 WO13115634**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.08.2012 E 12770518 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2019 EP 2809171**

54 Título: **Proceso para refinar aceite glicérido y aceite triglicérido purificado obtenido por tal proceso**

30 Prioridad:

**02.02.2012 MY PI2012000467**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**21.11.2019**

73 Titular/es:

**SIME DARBY PLANTATION INTELLECTUAL  
PROPERTY SDN BHD (100.0%)  
Level 10, Main Block, Plantation Tower, No. 2,  
Jalan PJU 1A/7, Ara Damansara  
47301 Petaling Jaya Selangor, MY**

72 Inventor/es:

**AHMADILFITRI BIN MD., NOOR;  
MOHD. SURIA AFFANDI, YUSOFF y  
KHAIRUDIN, HASHIM**

74 Agente/Representante:

**TOMAS GIL, Tesifonte Enrique**

**ES 2 732 313 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Proceso para refinar aceite glicérido y aceite triglicérido purificado obtenido por tal proceso

**Campo de la invención**

5 [0001] La presente invención se refiere a un proceso para refinar un aceite glicérido. Más particularmente, la invención se refiere a un proceso para refinar aceite glicérido usando la cromatografía de exclusión por tamaño para obtener una fracción enriquecida triglicérida. La invención proporciona también un aceite triglicérido obtenido por el proceso.

**Antecedentes de la invención**

10 [0002] Los aceites vegetales que se producen por procesos de extracción industriales se someten normalmente a un número de pasos de refinado para hacerlos sabrosos, para eliminar los solventes de extracción y/o para mejorar la estabilidad de almacenamiento. Excepciones notables son los aceites prensados en frío tal como como el aceite de oliva virgen extra.

[0003] Los tipos más comunes de aceites vegetales producidos industrialmente son los aceites de frutos (por ejemplo, el aceite de palma) y los aceites de semillas (por ejemplo, el aceite de girasol).

15 [0004] El aceite de palma crudo producido usando métodos conocidos en el estado de la técnica contiene normalmente cantidades sustanciales de componentes, tales como ácidos grasos libres, fosfolípidos y sustancias malolientes. Estas sustancias normalmente tienen que eliminarse para hacer que el aceite sea sabroso y estable mientras está almacenado.

20 [0005] Las semillas oleaginosas como las semillas de lino se muelen normalmente durante un largo periodo de tiempo para producir aceite y harina. Los métodos actuales empleados en la producción de los aceites de semillas de calidad crudos contienen normalmente cantidades apreciables de componentes que hay que eliminar. Además de los componentes no deseados que hay que eliminar, el residuo de solvente también tiene que eliminarse de estos aceites de semillas para hacer que los aceites de semillas sean adecuados para el consumo.

25 [0006] Una secuencia de pasos de refinado de aceite se usa comúnmente para producir un aceite completamente refinado o refinado, blanqueado y desodorizado (RBD). Estos pasos de refinado de aceite incluyen (i) eliminar gomas (principalmente fosfolípidos) del aceite; (ii) eliminar ácidos grasos libres; (iii) eliminar compuestos absorbibles (este paso se denomina comúnmente "blanqueado" pero hace más que solo reducir la absorbancia del aceite); y (iv) eliminar compuestos malolientes contenidos en el aceite.

30 [0007] El componente principal de los aceites vegetales, las grasas animales, los aceites marinos y la grasa láctea son los glicéridos, es decir, ésteres formados a partir de glicerol y ácidos grasos. Los triglicéridos representan normalmente la mayor parte de los glicéridos contenidos en estos aceites y grasas. Los monoglicéridos y los diglicéridos están presentes normalmente en cantidades menores. Los glicerofosfolípidos están normalmente presentes en una cantidad mayor y se eliminan normalmente en el paso de desgomado en un proceso de refinado de aceite.

35 [0008] La presencia de monoglicéridos y diglicéridos en aceites y grasas refinados disponibles comercialmente tiene varias desventajas. Una de tales desventajas es que la presencia de diglicéridos afectará al comportamiento de cristalización y fusión del triglicérido presente en estos aceites y grasas (Siew, WL, "Understanding the Interactions of Diacylglycerols with Oils for Better Product Performance", Palm Oil Developments, 2001: 36, 6-11).

40 [0009] Hay métodos que se sabe que eliminan monoglicéridos y diglicéridos de los aceites y las grasas refinados. Uno de tales métodos es eliminarlos convirtiéndolos en triglicéridos. US 5,061,498 describe un método para la conversión de glicéridos parciales (incluidos los monoglicéridos, los diglicéridos y los glicerofosfolípidos) de las grasas y los aceites a triglicéridos. El método comprende los pasos de tratamiento de las grasas y los aceites con al menos dos lipasas que son diferentes en la especificidad por los ácidos grasos y/o la especificidad de posición, donde la lipasa con diferente especificidad por los ácidos grasos se selecciona del grupo que consiste en lipasas que actúan sobre ácidos grasos de cadena corta, lipasas que actúan sobre ácidos grasos de cadena media, lipasas que actúan sobre todos los ácidos grasos y lipasas que actúan sobre los ácidos grasos insaturados. La dicha lipasa con diferente especificidad de posición se selecciona del grupo que consiste en lipasas que no tienen ninguna especificidad de posición y lipasas que tienen especificidad por la posición 1,3. El método descrito en esta publicación es laborioso y no se puede usar para producir aceites que contengan triglicérido en una cantidad  
45  
50 cercana al 100%.

[0010] US 2010/0210861 describe un proceso para refinar una mezcla que comprende triglicéridos de moléculas más cortas, considerados impurezas. Este proceso puede comprender el uso de un mecanismo de exclusión por tamaño y se realiza preferiblemente sin solvente, para obtener un producto triglicérido con necesidades reducidas de una desolventización adicional.

- 5 [0011] Consecuentemente, hay necesidad de un proceso de refinado que elimina eficazmente los monoglicéridos y diglicéridos del aceite glicérido para permitir la producción rentable de un aceite triglicérido refinado de alta pureza.

### Resumen de la invención

10 [0012] El anterior y otros problemas se resuelven y se realiza un avance en la técnica mediante un proceso para refinar el aceite glicérido usando la cromatografía de exclusión por tamaño conforme a esta invención. Es una ventaja de un proceso conforme a esta invención que se proporciona un proceso para refinar aceite glicérido para permitir la producción de un aceite triglicérido refinado de alta pureza eliminando eficazmente los componentes no deseados del aceite glicérido. Una segunda ventaja de esta invención es que el proceso permite obtener un aceite triglicérido de alta pureza sin el uso de ningún solvente. Una tercera ventaja de esta invención es que el proceso se puede usar para producir una fracción parcial enriquecida en glicéridos que contiene cantidades relativamente  
15 altas de diglicéridos, monoglicéridos y/o glicerofosfolípidos.

[0013] En una forma de realización de esta invención, se proporciona un proceso para refinar un aceite glicérido para obtener una fracción enriquecida en triglicérido, como se define en la reivindicación 1. El proceso comprende los pasos de pasar un aceite glicérido a través de una columna de exclusión por tamaño rellena con partículas porosas que tienen un tamaño medio de partícula ponderado en masa de 20 a 1.000  $\mu\text{m}$  y un tamaño medio de los  
20 poros de 10 a 150 Å sin usar ningún solvente y recoger una fracción de eluido enriquecida en triglicérido. El proceso puede usarse ventajosamente para refinar aceite glicérido que contiene de un 80 % en peso a un 99,8 % en peso de triglicérido y de un 1 % en peso a un 20 % en peso de glicérido parcial seleccionado de monoglicéridos, diglicéridos, glicerofosfolípidos y combinaciones de los mismos.

25 [0014] En la forma de realización de esta invención, la fracción enriquecida en triglicérido contiene al menos un 98 % en peso de triglicérido y menos de un 2 % en peso del glicérido parcial.

[0015] En algunas formas de realización de esta invención, el proceso comprende además pasar un solvente a través de la columna de exclusión por tamaño después de que se recoja la fracción de eluido enriquecida en triglicérido para obtener un extracto de solvente que contiene una fracción enriquecida en glicérido parcial, y aislar la fracción enriquecida en glicérido parcial del extracto de solvente. En algunas de estas formas de realización, el  
30 solvente usado en estos pasos incluye acetona, alcanos  $\text{C}_5\text{-C}_8$  o combinaciones de los mismos.

[0016] En algunas formas de realización de esta invención, al menos un 80 % en peso de las partículas porosas tienen un diámetro en el intervalo de 60 a 800  $\mu\text{m}$ .

35 [0017] En otra forma de realización de esta invención, se proporciona un aceite triglicérido obtenido como la fracción enriquecida en triglicérido en el proceso según esta invención, como se define en la reivindicación 14. En algunas formas de realización de esta invención, el aceite triglicérido comprende al menos un 99,5 % en peso de triglicérido y menos de un 0,3 % en peso de diglicérido. El aceite triglicérido puede comprender además no más de un 1,0 % en peso de ésteres glicéridos de ácidos grasos que tienen un peso molecular de 640 g o menos.

### Descripción detallada de la invención

40 [0018] La cromatografía de exclusión por tamaño (SEC) es un método cromatográfico donde las moléculas se separan por su tamaño. Se aplica normalmente a moléculas grandes o complejos macromoleculares. Típicamente, cuando una solución acuosa se utiliza para transportar la muestra a través de la columna, la técnica se conoce como cromatografía de filtración en gel, en comparación con el nombre cromatografía de permeación en gel, que se usa cuando un solvente orgánico se usa como una fase móvil. La SEC se usa ampliamente en un método de caracterización polimérica debido a su capacidad para proporcionar unos buenos resultados de la distribución de  
45 masa molar (Mw) para los polímeros.

[0019] La aplicación principal de la cromatografía de filtración en gel es el fraccionamiento de las proteínas y otros polímeros hidrosolubles, mientras que la cromatografía de permeación en gel se utiliza para analizar la distribución del peso molecular de los polímeros solubles en disolventes orgánicos.

5 [0020] Los inventores han descubierto de forma inesperada que la SEC se puede usar para refinar aceite glicérido para obtener una fracción enriquecida triglicérida. Esto se hace fraccionando el aceite glicérido en una fracción enriquecida triglicérida y una fracción enriquecida en glicérido parcial. La separación cromatográfica de triglicérido y glicérido parcial en el proceso de la invención resulta del hecho de que un glicérido parcial eluye más lentamente de la columna que un triglicérido. La diferencia en el tiempo de elución se cree que se basa en una diferencia del volumen al que tienen acceso las moléculas de glicérido cuando se desplazan a través de la columna. El glicérido parcial más pequeño puede penetrar en el sistema de poros de la fase estacionaria más eficazmente que el triglicérido. Consecuentemente, el glicérido parcial tiene acceso no solo al volumen interparticular sino también a una fracción sustancial del volumen de poro. En cambio, el triglicérido tiene acceso a poco más que solo el volumen interparticular. Así, el triglicérido y el glicérido parcial eluirán a través de la fase estacionaria porosa con diferentes velocidades. El tiempo de elución del triglicérido está determinado principalmente por el volumen interparticular, y el tiempo de elución del glicérido parcial está determinado por el volumen interparticular y la fracción del volumen de poro que es accesible al glicérido parcial.

15 [0021] Cabe señalar que la exclusión por tamaño puede no ser el único mecanismo responsable de la separación exitosa del aceite glicérido en triglicérido y glicérido parcial en el proceso de la invención. Las interacciones no covalentes entre la fase estacionaria (por ejemplo, las partículas porosas) y, por ejemplo, el glicérido parcial, pueden también jugar un papel en la separación.

20 [0022] Conforme a una forma de realización de la invención, se proporciona un proceso para separar aceite glicérido en una fracción enriquecida triglicérida y una fracción enriquecida en glicérido parcial usando la cromatografía de exclusión por tamaño. El proceso comprende los pasos de pasar el aceite glicérido a través de una columna de exclusión por tamaño rellena con partículas porosas que tienen un tamaño medio de partícula ponderado en masa de preferiblemente 20 a 1.000  $\mu\text{m}$  y con un tamaño medio de los poros de 10 a 150  $\text{Å}$ , y recoger una fracción de eluido enriquecida en triglicérido.

25 [0023] El término "aceite" como se utiliza en la presente se refiere a un material lipídico que puede ser líquido o sólido a temperatura ambiente (20°C).

[0024] El término "glicérido" como se utiliza en la presente se refiere a ésteres formados a partir de al menos glicerol, uno o más ácidos grasos y opcionalmente otro ácido, por ejemplo, ácido fosfórico.

30 [0025] El término "fracción enriquecida triglicérida" o "fracción enriquecida en triglicérido" como se utiliza en la presente se refiere a triglicérido que tiene un contenido de triglicérido significativamente mayor (calculado en peso de glicéridos totales) que el aceite glicérido que se usa como material de partida en el proceso de la invención.

35 [0026] El término "fracción enriquecida en glicérido parcial" como se utiliza en la presente se refiere a un glicérido parcial que tiene un contenido de glicérido parcial (calculado en peso de glicéridos totales) que es significativamente mayor (por ejemplo, al menos un 50% mayor) que el del aceite glicérido que se usa como material de partida en el proceso de la invención. El glicérido parcial se selecciona preferiblemente de monoglicérido, diglicérido, glicerofosfolípido y combinaciones de los mismos.

[0027] El término "partículas porosas" como se utiliza en la presente se refiere a partículas que contienen canales, poros o cavidades que proporcionan acceso al aceite y cualquier solvente que pueda usarse.

[0028] El término "volumen de poro" como se utiliza en la presente se refiere a la contribución al volumen total de todos los poros excluyendo la contribución al volumen de los poros cerrados.

40 [0029] Como se ha explicado anteriormente, el triglicérido eluye más rápido de la columna empleada en el proceso de la presente invención que el glicérido parcial, ya que el triglicérido tiene menos acceso al volumen de poro. Consecuentemente, la fracción enriquecida triglicérida se elimina como el primer eluido en una forma de realización de la presente invención.

45 [0030] Los procedimientos de SEC descritos en el estado de la técnica emplean típicamente un solvente para separar los componentes disueltos con ese solvente. En el proceso de la presente invención, el aceite glicérido se puede separar sin usar ningún solvente orgánico o acuoso como eluyente. El tamaño de los poros de las partículas porosas usadas en la columna de exclusión por tamaño permite que las moléculas más pequeñas (por ejemplo, los glicéridos parciales) sean retenidos en los poros de las partículas porosas y las moléculas más grandes (por ejemplo, los triglicéridos) pasen a través de las partículas porosas como un eluyente. En este caso, la fase móvil empleada en el proceso consiste preferiblemente de manera predominante en el aceite glicérido.

50

[0031] El aceite glicérido que se somete al proceso de SEC contiene preferiblemente menos de un 1,0 % en peso de agua, más preferiblemente menos de un 0,5 % en peso, y más preferiblemente menos de un 0,2 % en peso de agua.

5 [0032] Las partículas porosas empleadas en la columna tienen preferiblemente un diámetro relativamente uniforme. Preferiblemente, al menos un 80 % en peso de las partículas porosas tienen un diámetro en el intervalo de 60 a 800 micras ( $\mu\text{m}$ ), más preferiblemente en el intervalo de 100 a 600  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente en el intervalo de 200 a 500  $\mu\text{m}$ . Las partículas porosas pueden estar hechas de varios materiales. Preferiblemente, las partículas porosas son partículas de sílice porosas, partículas de poliestireno reticulado porosas o combinaciones de las mismas. Más preferiblemente, las partículas porosas son partículas de sílice porosas.

10 [0033] El área superficial específica de las partículas porosas es una medida de la porosidad de las partículas. Preferiblemente, las partículas porosas tienen un área superficial específica en el intervalo de 200 a 1.200  $\text{m}^2/\text{g}$ , más preferiblemente en el intervalo de 300 a 1.000  $\text{m}^2/\text{g}$ , aún más preferiblemente en el intervalo de 400 a 800  $\text{m}^2/\text{g}$ , y más preferiblemente en el intervalo de 420 a 600  $\text{m}^2/\text{g}$ .

15 [0034] Se cree que el tamaño de los poros de las partículas porosas es muy relevante para la eficiencia de separación del presente proceso. Cuanto menor sea el tamaño de los poros, mejor será la separación de los componentes del aceite. En cambio, generalmente se considera que un tamaño de los poros grande produce peores resultados de separación. El tamaño de los poros de las partículas porosas está en el intervalo de 10 a 150 ángstroms (Å), preferiblemente de 20 a 120 Å, más preferiblemente de 30 a 100 Å, aún más preferiblemente de 35 a 90 Å, y más preferiblemente en el intervalo de 40 a 80 Å.

20 [0035] El volumen de poro de las partículas porosas se encuentra típicamente en el intervalo de 0,4 a 1,2  $\text{ml/g}$ . Preferiblemente, el volumen de poro se encuentra en el intervalo de 0,5 a 1,1  $\text{ml/g}$ , más preferiblemente en el intervalo de 0,6 a 1,0  $\text{ml/g}$ , y más preferiblemente en el intervalo de 0,7 a 0,9  $\text{ml/g}$ .

25 [0036] La separación cromatográfica del aceite glicérido en el proceso de la presente invención se realiza preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 10 a 70°C, más preferiblemente a una temperatura de 15 a 65°C, y más preferiblemente a una temperatura de 30 a 60°C.

30 [0037] El proceso de la presente invención se puede aplicar a aceites RBD, así como a aceites crudos, incluidos los aceites que no se han sometido a un desgomado. Preferiblemente, sin embargo, el proceso se emplea para fraccionar aceites desgomados. Cuando el proceso se emplea para fraccionar aceites desgomados, el aceite glicérido usado en el proceso tiene preferiblemente un contenido de fósforo de no más de 10  $\text{mg/kg}$ , y más preferiblemente, no más de 5  $\text{mg/kg}$ .

35 [0038] Los ejemplos de aceite glicérido que se pueden fraccionar por el proceso de la invención incluyen aceites vegetales, grasas animales, aceites marinos (por ejemplo, aceite de pescado) y grasas lácteas, fracciones de estos aceites glicéridos y mezclas de los aceites y/o las fracciones. Preferiblemente, el aceite glicérido que se usa como material de partida en el proceso se selecciona de aceite vegetal no hidrogenado, una fracción de tal aceite o una combinación de dos o más de estos aceites. Más preferiblemente, el aceite vegetal se selecciona de aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de coco, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de linaza, aceite de oliva y combinaciones de los mismos. Más preferiblemente, el aceite vegetal es aceite de palma o una fracción del mismo, incluyendo, pero de forma no limitativa, una fracción de oleína o una fracción de estearina.

40 [0039] Los beneficios del proceso de la presente invención son particularmente pronunciados en cuanto a que el proceso se emplea para fraccionar aceite glicérido que contiene una cantidad muy alta de triglicérido y una cantidad relativamente baja de glicérido parcial. En una forma de realización de la presente invención, el aceite glicérido usado en el proceso contiene de un 80 a un 99,8 % en peso de triglicérido y de un 1 a un 20 % en peso de glicérido parcial. Preferiblemente, el aceite glicérido contiene de un 90 a un 99,8 % en peso de triglicérido, de un 0,2 a un 7,0 % en peso de diglicérido, de un 0 a un 3 % en peso de monoglicérido y de un 0 a un 4 % en peso de glicerofosfolípido. Más preferiblemente, el aceite glicérido contiene de un 94,0 a un 99,8 % en peso de triglicérido, un 0,2 a un 5,0 % en peso de diglicérido, de un 0 a un 2 % en peso de monoglicérido y de un 0 a un 1 % en peso de glicerofosfolípido.

50 [0040] Los beneficios del proceso de la presente invención se vuelven particularmente manifiestos cuando el proceso se emplea para el fraccionamiento a escala industrial de aceite glicérido. El proceso puede controlarse fácilmente controlando el caudal del aceite, la temperatura del proceso, la presión en la columna de exclusión por tamaño, etc. Esto proporciona un proceso más predecible que es adecuado para el uso industrial. En el proceso de la presente invención, el aceite glicérido se puede procesar a una velocidad de al menos 50  $\text{kg}$  por hora.

[0041] El proceso conforme a esta invención ofrece la ventaja de que puede producir una fracción enriquecida triglicérida en forma de aceite triglicérido muy puro. La fracción enriquecida triglicérida contiene al menos un 99,0 % en peso de triglicérido y menos de un 1,0 % en peso del glicérido parcial.

5 [0042] La fracción enriquecida triglicérida contiene al menos un 50% menos de glicérido parcial que el glicérido parcial presente en el aceite glicérido que se emplea como material de partida. Preferiblemente, la fracción enriquecida triglicérida contiene al menos un 70% menos de glicérido parcial y, más preferiblemente, al menos un 90% menos de glicérido parcial que el glicérido parcial presente en el aceite glicérido que se emplea como material de partida.

10 [0043] En una forma de realización de la presente invención, la fracción enriquecida triglicérida se recoge como un eluido de la columna de exclusión por tamaño al menos hasta que el aceite glicérido contenido en la columna tenga un contenido de glicérido parcial medio de al menos un 5 a un 10 % en peso, en función del tipo de aceite glicérido que se use como material de partida. En una forma de realización, la columna puede tener un contenido de glicérido parcial medio de al menos un 5% en peso. En otras formas de realización, la columna puede tener un contenido de glicérido parcial medio de al menos un 7 % en peso o de al menos un 10 % en peso.

15 [0044] Otra ventaja del proceso de la presente invención es que el proceso se puede usar para producir una fracción enriquecida en glicérido parcial que contenga cantidades relativamente altas de diglicéridos, monoglicéridos y/o glicerofosfolípidos. La fracción enriquecida en glicérido parcial se puede obtener eliminando el glicérido parcial de la columna de exclusión por tamaño después de que la fracción enriquecida triglicérida se recoja como un eluido de la columna. En una forma de realización de esta invención, la fracción enriquecida en glicérido parcial se elimina de la columna usando un solvente orgánico. Esto se hace poniendo en contacto las partículas porosas en la columna con un solvente orgánico y recogiendo un extracto de solvente que contiene la fracción enriquecida en glicérido parcial después de que el solvente haya pasado a través de la columna. A esto le sigue el aislamiento de la fracción enriquecida en glicérido parcial del extracto de solvente así obtenido. La fracción enriquecida en glicérido parcial se puede aislar del extracto de solvente por cualquiera de los métodos adecuados conocidos por los expertos en la técnica. El método puede incluir, pero de forma no limitativa, el tratamiento del extracto de solvente con calor, por ejemplo, por destilación o destilación en condiciones de reflujo.

20

25

30 [0045] El solvente orgánico que se puede usar para eluir el glicérido parcial de la manera descrita anteriormente se selecciona preferiblemente de, pero de forma no limitativa, acetona, alcanos C<sub>5</sub>-C<sub>8</sub> y combinaciones de los mismos. Más preferiblemente, el solvente orgánico se selecciona de acetona, hexano y combinaciones de los mismos. Más preferiblemente, el solvente orgánico es hexano.

[0046] La fracción enriquecida en glicérido parcial puede contener monoglicérido, diglicérido, glicerofosfolípidos o una combinación de los mismos. Cabe señalar que la fracción enriquecida en glicérido parcial se puede recoger como una fracción separada tras la elución con un solvente adecuado. Así, es posible obtener, por ejemplo, una fracción que está altamente enriquecida en diglicérido, una fracción que está altamente enriquecida en monoglicérido y/o una fracción que está altamente enriquecida en glicerofosfolípido.

35

[0047] En otra forma de realización de la invención, se proporciona un aceite triglicérido obtenido por el proceso que se describe en la reivindicación 14.

40 [0048] El aceite triglicérido obtenido por el proceso de la presente invención tiene una única 'huella' ya que el tratamiento de SEC elimina eficazmente un número de los componentes que están típicamente presentes en el aceite glicérido, sobre todo diglicérido y monoglicérido. Típicamente, el aceite triglicérido comprende al menos un 99,5 % en peso de triglicérido y menos de un 0,3 % en peso de diglicérido, más preferiblemente, el aceite triglicérido contiene al menos un 99,7 % en peso de triglicérido y menos de un 0,3 % en peso de diglicérido y, más preferiblemente, el aceite triglicérido contiene al menos un 99,9 % en peso de triglicérido y menos de un 0,1 % en peso de diglicérido.

45 [0049] La cantidad de monoglicérido presente en el aceite triglicérido obtenida por el proceso de la invención típicamente no excede de un 0,5 % en peso, más preferiblemente, la cantidad de monoglicérido no excede de un 0,1 % en peso.

50 [0050] El aceite triglicérido de la presente invención tiene típicamente una distribución de ácidos grasos que es típica de un aceite de origen natural o una fracción del mismo, o de mezclas de tales aceites y/o fracciones. Preferiblemente, al menos un 80 % en peso de los residuos de ácidos grasos presentes en el aceite triglicérido son ácidos grasos C<sub>12</sub>-C<sub>20</sub>. Según una forma de realización preferida particular de la presente invención, al menos un 80 % en peso de los residuos de ácidos grasos presentes en el aceite triglicérido son ácidos grasos C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>.

5 [0051] El aceite triglicérido se selecciona preferiblemente de un aceite vegetal, una fracción de aceite vegetal, una mezcla de aceites vegetales, una mezcla de fracciones de aceite vegetal y una mezcla de uno o más aceites vegetales y una o más fracciones de aceite vegetal, en función del tipo de material de partida usado en el proceso. Preferiblemente, los aceites vegetales se seleccionan de aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de coco, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de linaza, aceite de oliva y combinaciones de los mismos. Más preferiblemente, el aceite vegetal es aceite de palma. El aceite triglicérido de la presente invención es especial en cuanto a que contiene no más de una cantidad muy limitada de ésteres glicéridos de ácidos grasos (incluyendo triglicérido, así como glicérido parcial) que tienen un peso molecular de 612 g o menos. En una forma de realización preferida, el aceite triglicérido contiene no más de un 1,0 % en peso de ésteres glicéridos de ácidos grasos que tienen un peso molecular de 612 g o menos, más preferiblemente, el aceite triglicérido contiene no más de un 0,5 % en peso y, más preferiblemente, no más de un 0,2 % en peso de ésteres glicéridos de ácidos grasos que tienen un peso molecular de 612 g o menos.

15 [0052] En otra forma de realización preferida, el aceite triglicérido contiene no más de un 1,0 % en peso de ésteres glicéridos de ácidos grasos que tienen un peso molecular de 640 g o menos. Más preferiblemente, el aceite triglicérido contiene no más de un 0,5 % en peso y, más preferiblemente, no más de un 0,2 % en peso de ésteres glicéridos de ácidos grasos que tienen un peso molecular de 640 g o menos.

[0053] Los ejemplos siguientes se proporcionan para ilustrar y describir adicionalmente formas de realización específicas particulares de la presente invención, y no deben de ningún modo interpretarse para limitar la invención a los procedimientos, las condiciones o las composiciones específicos descritos en los mismos.

20 **EJEMPLOS**

Ejemplo 1

[0054] Una columna con un diámetro interno de 6 cm y una longitud de 20 cm se rellenó con 200 g de partículas de gel de sílice (ZEOPrep 60, Zeochem AG) con un diámetro de 200 a 500 µm. La columna estaba rodeada por una manta térmica que se estableció para mantener la temperatura de la columna a 70°C.

25 [0055] A continuación, 1.500 ml de aceite de palma RBD que se habían precalentado a 70°C se pasaron por la columna con un flujo por gravedad. Se recogieron y se analizaron seis fracciones consecutivas de eluido de cada 200 g. Los resultados se muestran en la tabla 1 (DG = diglicérido, TG = triglicérido).

**Tabla 1**

	Material de partida	Fracciones (% en peso)					
		1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	5 <sup>a</sup>	6 <sup>a</sup>
<b>AGL (%)</b>		0,011	0,009	0,011	0,024	0,036	0,043
<b>DG C34</b>	0,47	0	0	0	0,25	0,36	0,38
<b>DG C36</b>	1,85	0	0	0	1,44	1,77	1,84
<b>DG C38</b>	0,88	0	0	0	0,85	1	1,02
<b>TG C46</b>	0,72	0,74	0,81	0,83	0,77	0,75	0,73
<b>TG C48</b>	8,53	7,43	8,28	8,33	7,74	7,78	7,65
<b>TG C50</b>	37,99	37,82	38,91	38,94	38,06	37,64	37,74
<b>TG C52</b>	38,81	41,77	40,7	40,58	39,7	39,52	39,46
<b>TG C54</b>	10,28	11,67	10,8	10,83	10,67	10,68	10,67
<b>TG C56</b>	0,45	0,57	0,5	0,49	0,52	0,51	0,53

[0056] Al final del experimento, el gel de sílice se recogió y el aceite del interior se extrajo de la parte superior, el medio y la parte inferior de la columna rellena. Los resultados se muestran en la tabla 2.

**Tabla 2**

	Superior	Medio	Inferior
<b>DG - C34</b>	0,3	0,25	0,27
<b>DG - C36</b>	1,52	1,33	1,3
<b>DG - C38</b>	0,88	0,78	0,76
<b>TG - C46</b>	0,85	0,91	0,84
<b>TG - C48</b>	8,26	8,11	8,27
<b>TG - C50</b>	38,48	38,26	38,14
<b>TG - C52</b>	38,98	39,43	39,39
<b>TG - C54</b>	10,18	10,44	10,54
<b>TG - C56</b>	0,48	0,48	0,5

5 [0057] Los resultados de la tabla 1 muestran que el proceso de la invención puede producir un aceite con alto contenido de triglicérido (TG) después de pasar el material de partida a través de una columna de exclusión por tamaño. Podemos ver que el contenido de triglicérido en el aceite se reduce a medida que el aceite se desplaza hacia abajo por la columna ya que se retienen más y más glicéridos parciales (DG) en las partículas de gel de sílice. Cuando los glicéridos parciales alcanzan un punto de saturación, empezarán a aparecer en el eluyente.

10 [0058] La tabla 2 muestra que la concentración de los glicéridos parciales en la columna es casi la misma en la parte superior, el medio y la parte inferior de la columna.

Ejemplo 2

[0059] Dos columnas idénticas a la descrita en el ejemplo 1 se rellenaron con dos tipos diferentes de partículas de gel de sílice:

- 15 GS01: diámetro de 200 a 500  $\mu\text{m}$  (ZEOprep 60, Zeochem AG)
- GS02: diámetro de 60 a 200  $\mu\text{m}$  (ZEOprep 60, Zeochem AG)

[0060] De nuevo, las columnas se mantuvieron a 70°C. A continuación, 500 g de aceite de palma RBD que se había precalentado a 70°C se pasó por cada una de las dos columnas con un flujo por gravedad. Para cada columna, se recogieron y se analizaron los primeros 100 g de eluido. Los resultados se muestran en la tabla 3.

**Tabla 3.**

		Material de partida (% en peso)	GS01 (% en peso)	GS02 (% en peso)
<b>Punto de fusión (°C)</b>		37,5	37,2	34,6
<b>CGS (%)</b>	<b>0°C</b>	67,19	74,07	73,94
	<b>10°C</b>	52,52	60,07	60,22
	<b>20°C</b>	24,02	27,53	25,97
	<b>30°C</b>	7,4	8,35	6,87
	<b>35°C</b>	4,09	4,38	3,23
	<b>40°C</b>	0,3	0,89	0,04

<b>DG - C34</b>	0,32	0	0
<b>DG - C36</b>	1,41	0	0
<b>DG - C38</b>	0,78	0	0
<b>TG - C46</b>	0,68	0,56	0,34
<b>TG - C48</b>	7,71	7,01	4,68
<b>TG - C50</b>	38,4	38,12	35,08
<b>TG - C52</b>	39,3	41,76	44,6
<b>TG - C54</b>	10,18	11,25	13,97
<b>TG - C56</b>	0,42	0,49	0,78

[0061] Los resultados de la tabla 3 muestran que el proceso de la invención se puede realizar con partículas porosas que tienen un diámetro en el intervalo de 60 a 500  $\mu\text{m}$ .

### Ejemplo 3

5 [0062] Una columna con un diámetro interno de 6 cm y una longitud de 20 cm se rellenó con 200 g de partículas de gel de sílice (ZEOprep 60, Zeochem AG) con un diámetro de 200 a 500  $\mu\text{m}$ . La columna estaba rodeada por una manta térmica que se estableció para mantener la temperatura de la columna a 70°C.

10 [0063] A continuación, se pasaron 500 g de aceite de palma RBD que se había precalentado a 70°C por la columna con un flujo por gravedad y se recogieron y analizaron 300 g de eluido. El material de partida, es decir, el aceite de palma RBD y un aceite de palma de alta calidad refinado (Jomalina Guaranteed Quality Palm Oil (JGQPO) producido por Sime Darby, Jomalina, Malasia) se analizaron también de la misma manera. Los resultados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4

		Material de partida (% en peso)	Aceite de palma refinado de alta calidad (% en peso)	Eluido (% en peso)
<b>Índice de yodo</b>		52,78	53,42	51,98
<b>Índice de peróxido</b>		2,99	0	2,76
<b>AGL</b>		0,03	0,02	0,01
<b>Punto de fusión (°C)</b>		39,00	35,90	38,40
<b>Color</b>		3R 50A	1,3R 10A	1R 10A
<b>Punto de humo (°C)</b>		226	220	220
<b>Rancimat (H)</b>		14,07	14,40	15,04
<b>CGS (°C)</b>	<b>0°C</b>	67,641	70,458	74,614
	<b>5°C</b>	65,899	67,877	72,636
	<b>10°C</b>	56,102	56,928	62,898
	<b>15°C</b>	44,628	43,107	48,384

ES 2 732 313 T3

	<b>20°C</b>	30,29	27,811	32,415
	<b>25°C</b>	17,733	15,732	19,274
	<b>30°C</b>	10,234	8,42	10,009
	<b>35°C</b>	5,183	3,92	5,117
	<b>40°C</b>	1,308	0,422	2,757
	<b>45°C</b>	0,309	-0,247	0,152
<b>Ácidos grasos (%)</b>	<b>C12</b>	0,17	0,16	0,13
	<b>C14</b>	1,03	0,97	1,02
	<b>C16</b>	44,19	43,07	44,23
	<b>C16:1</b>	0,17	0,16	0,2
	<b>C18</b>	4,20	4,18	4,32
	<b>C18:1</b>	39,99	40,65	39,98
	<b>C18:2</b>	9,73	10,30	9,58
	<b>C20</b>	0,34	0,34	0,35
	<b>C18:3</b>	0,19	0,18	0,19
<b>TG (%)</b>	<b>C34</b>	0,46	0,34	0,00
	<b>C36</b>	1,78	1,71	0,00
	<b>C38</b>	0,95	1,05	0,00
	<b>C46</b>	0,79	0,70	0,77
	<b>C48</b>	8,08	7,27	8,00
	<b>C50</b>	37,32	36,85	38,53
	<b>C52</b>	38,89	39,96	40,57
	<b>C54</b>	11,04	11,41	11,43
	<b>C56</b>	0,70	0,70	0,69
	<b>Suma de TG C46-56</b>	96,82	96,89	99,99

[0064] Los resultados de la tabla 4 muestran que el aceite triglicérido obtenido por el proceso de la invención tiene una calidad que es comparable con o, si no, mejor que el material de partida (aceite de palma RBD) y el aceite de palma refinado de alta calidad (JGQPO).

- 5 [0065] La estabilidad de almacenamiento de los aceites anteriormente mencionados se evaluó almacenando los aceites durante 9 semanas a 45°C en una incubadora. Los aceites se analizaron semanalmente durante el periodo de almacenamiento usando los dispositivos Racimat y Lovibond. Los resultados obtenidos son los mostrados en las tablas 5 y 6.

**Tabla 5**

	Valores Rancimat		
	Material de partida	Aceite de palma refinado de alta calidad	Eluido
<b>Tiempo de almacenamiento</b>			
1 semana	13,39	13,60	15,04

2 semanas	13,32	12,63	14,31
3 semanas	12,93	12,96	13,42
4 semanas	13,20	12,50	12,68
5 semanas	12,26	12,77	12,75
6 semanas	12,15	11,77	12,51
7 semanas	12,00	11,13	12,53
8 semanas	11,59	11,36	11,75
9 semanas	11,04	11,2	11,84

Tabla 6

Tiempo de almacenamiento	Valores Lovibond		
	Material de partida	Aceite de palma refinado de alta calidad	Eluido
2 semanas	50A 3,3R	20A 1,4R	9A 1,6R
3 semanas	50A 3,3R	20A 1,4R	9A 1,6R
4 semanas	40A 3,7R	20A 1,8R	9A 1,6R
5 semanas	40A 3,7R	20A 2,0R	9A 1,6R
6 semanas	40A 3,7R	20A 2,0R	9A 1,6R
7 semanas	40A 3,7R	20A 2,0R	9A 1,6R
8 semanas	40A 3,7R	20A 2,0R	9A 1,6R
9 semanas	40A 3,9R	20A 2,0R	9A 1,6R

[0066] Los resultados de las tablas 5 y 6 muestran que la estabilidad de almacenamiento del aceite triglicérido obtenido por el proceso de la invención es mejor que el material de partida (aceite de palma RBD) y el aceite de palma refinado de alta calidad (JGQPO).

5 Ejemplo 4

[0067] Cuatro aceites vegetales diferentes se sometieron a cromatografía de exclusión por tamaño de la misma manera que el aceite de palma RBD en el ejemplo 2. Los resultados así obtenidos se muestran en la tabla 7.

Tabla 7

	Colza (% en peso)		Girasol (% en peso)		Soja (% en peso)		Oliva (% en peso)	
	Antes	Después	Antes	Después	Antes	Después	Antes	Después
<b>DG - C34</b>	0	0	0	0	0	0	0	0
<b>DG - C36</b>	0,11	0	0,18	0	0,13	0	0,4	0
<b>DG - C38</b>	0,75	0,14	1,19	0,16	0,49	0	1,58	0
<b>TG - C46</b>	0,27	0,3	0,12	0,13	0,09	0,09	0	0
<b>TG - C48</b>	0	0	0	0	0	0	0,09	0
<b>TG - C50</b>	1,21	1,3	1,32	1,35	3,21	3,22	4,07	3,77
<b>TG - C52</b>	14,37	14,59	17,82	18,01	26,55	26,78	27,9	28,72
<b>TG - C54</b>	78,37	78,88	76,96	78,17	67,57	68,1	64,19	65,94
<b>TG - C56</b>	4,92	4,79	2,41	2,19	1,95	1,81	1,57	1,57

[0068] Los resultados de la tabla 7 muestran que el proceso de la invención puede aplicarse también a otros aceites y grasas, no limitados al aceite de palma.

[0069] Lo anterior es una descripción de la materia que el inventor considera como la invención y se cree que otros pueden diseñar y diseñarán sistemas alternativos que incluyan esta invención en base a la divulgación anterior.

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso para refinar un aceite glicérico para obtener una fracción enriquecida en triglicérido, donde el proceso comprende:
- 5 pasar un aceite glicérico a través de una columna de exclusión por tamaño rellena con partículas porosas que tienen un tamaño medio de partícula ponderado en masa de 20  $\mu\text{m}$  a 1.000  $\mu\text{m}$  y un tamaño medio de los poros de 10 Å a 150 Å para eliminar glicérido parcial sin usar ningún solvente; y recoger una fracción de eluido enriquecida en triglicérido;
- donde el contenido de glicérido parcial de la fracción enriquecida triglicérida expresada en % en peso es al menos un 50% inferior que el contenido de glicérido parcial del aceite glicérico.
- 10 2. Proceso según la reivindicación 1, donde el aceite glicérico contiene de un 80 % en peso a un 99,8 % en peso de triglicérido y de un 1 % en peso a un 20 % en peso de glicérido parcial.
3. Proceso según la reivindicación 2, donde el glicérido parcial se selecciona del grupo que consiste en monoglicérido, diglicérido, glicerofosfolípido y una combinación de los mismos.
- 15 4. Proceso según la reivindicación 1, donde el aceite glicérico contiene de un 90 % en peso a un 99,8 % en peso de triglicérido, de un 0,2 % en peso a un 7,0 % en peso de diglicéridos, de un 0 % en peso a un 3 % en peso de monoglicéridos y de un 0 % en peso a un 4 % en peso de glicerofosfolípidos.
5. Proceso según la reivindicación 1, donde la fracción enriquecida en triglicérido contiene al menos un 98 % en peso de triglicérido y menos de un 2 % en peso de glicérido parcial.
6. Proceso según la reivindicación 1, que comprende además:
- 20 pasar un solvente a través de la columna de exclusión por tamaño después de recoger la fracción de eluido enriquecida en triglicérido para obtener un extracto de solvente con una fracción enriquecida en glicérido parcial; y aislar la fracción enriquecida en glicérido parcial del extracto de solvente.
- 25 7. Proceso según la reivindicación 6, donde el solvente se selecciona del grupo que consiste en acetona, alcanos  $\text{C}_5\text{-C}_8$  y combinaciones de los mismos.
8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el aceite glicérico contiene fósforo en una cantidad de no más de 10 mg/kg.
9. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el aceite glicérico se selecciona del grupo que consiste en un aceite vegetal no hidrogenado, una fracción de un aceite vegetal no hidrogenado y una combinación de dos o más de los dichos aceites.
- 30 10. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde al menos un 80 % en peso de las partículas porosas tienen un diámetro en el intervalo de 60 a 800  $\mu\text{m}$ .
11. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde las partículas porosas tienen un área superficial de 200 a 1200  $\text{m}^2/\text{g}$ .
- 35 12. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde las partículas porosas tienen un tamaño de los poros en el intervalo de 35 a 90 Å.
13. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde las partículas porosas se seleccionan del grupo que consiste en partículas de sílice porosas, partículas de poliestireno reticulado porosas y una combinación de las mismas, preferiblemente donde las partículas porosas son partículas de sílice porosas.
- 40 14. Aceite triglicérido que se obtiene como la fracción de eluido enriquecida en triglicérido a partir de un proceso que comprende:

- 5
- pasar un aceite glicérido a través de una columna de exclusión por tamaño rellena con partículas porosas para eliminar glicérido parcial sin usar ningún solvente, donde dichas partículas porosas tienen un tamaño medio de partícula ponderado en masa de 20  $\mu\text{m}$  a 1.000  $\mu\text{m}$ , un tamaño medio de los poros de 20 Å a 120 Å, un volumen de poro de 0,4 a 1,2 ml/g, un área superficial de 200 a 1200  $\text{m}^2/\text{kg}$  y donde al menos un 80 % en peso de dichas partículas porosas tienen un diámetro en el intervalo de 60 a 800  $\mu\text{m}$ ; y
  - recoger una fracción de eluido enriquecida en triglicérido;

10

donde el contenido de glicérido parcial de la fracción enriquecida triglicérida expresado en % en peso es al menos un 50% inferior al contenido de glicérido parcial del aceite glicérido, donde el aceite glicérido que se usa como material de partida en el proceso se selecciona de aceite vegetal no hidrogenado, una fracción de un aceite tal o una combinación de dos o más de estos aceites, y dicho aceite vegetal se selecciona de aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de coco, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de linaza, aceite de oliva y combinaciones de los mismos, y donde la fracción de eluido enriquecida en triglicérido comprende al menos un 99 % en peso de triglicérido y menos de un 1,0 % en peso de diglicérido.

15

15. Aceite triglicérido según la reivindicación 14, donde el aceite triglicérido contiene al menos un 99,7 % en peso de triglicérido y menos de un 0,3 % en peso de diglicérido, preferiblemente al menos un 99,9 % en peso de triglicérido y menos de un 0,1 % en peso de diglicérido.