

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 744 531**

51 Int. Cl.:

C11C 3/00 (2006.01)

C11C 3/10 (2006.01)

C12N 9/20 (2006.01)

A23L 33/00 (2006.01)

A23L 33/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.07.2008 PCT/EP2008/006006**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.01.2009 WO09012982**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.07.2008 E 08784967 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.07.2019 EP 2173197**

54 Título: **Proceso**

30 Prioridad:

25.07.2007 EP 07252947

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

25.02.2020

73 Titular/es:

BUNGE LODERS CROKLAAN B.V. (100.0%)

Hogeweg 1

1521 AZ Wormerveer, NL

72 Inventor/es:

'T ZAND, IMRO;

BOUWER, SIETZE;

BHAGGAN, KRISHNADATH y

SCHMID, ULRIKE

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 744 531 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

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para producir estearina de aceite de palma aleatorizada con un nivel reducido de dialquicetonas (DAK), un proceso para la producción de una composición de grasa adecuada para su uso en una fórmula para lactantes, una estearina aleatorizada de aceite de palma, una composición que comprende 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO), una mezcla de grasas y una fórmula para lactantes, comprendiendo todas ellas niveles especificados de DAK.
- 10 Las grasas y los aceites de triglicéridos son importantes productos comerciales, y se utilizan ampliamente en, por ejemplo, la industria alimentaria. Algunos triglicéridos son importantes nutricionalmente, y se sabe que el triglicérido 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido es un componente importante de la grasa de la leche humana.
- 15 Las composiciones de grasa que contienen los ácidos grasos principales que se encuentran en la grasa de la leche humana, en cantidades similares a las que se encuentran en la grasa de la leche humana, pueden ser derivadas de aceites y grasas de origen vegetal. Sin embargo, surge una diferencia significativa en la composición, porque la mayoría de los glicéridos de origen vegetal están insaturados en la posición 2. Por el contrario, una cantidad sustancial de ácido palmítico ocupa la posición 2 de los glicéridos en la grasa de la leche humana.
- 20 Se cree que la diferencia en la distribución de los ácidos a lo largo de las posiciones de los glicéridos tiene importantes consecuencias dietéticas. Freeman *et al.* estudiaron la distribución de los ácidos grasos en los triglicéridos de algunas grasas lácteas de importancia nutricional, (*J. Dairy Sci.*, 1965, pág. 853), e informaron que la grasa de la leche humana contiene una mayor proporción de ácido palmítico en la posición 2 y una mayor proporción de ácido esteárico y ácido oleico en las posiciones 1,3 que la grasa de la leche de los rumiantes. Filler *et al.*, informaron de una mayor absorción de ácido palmítico en la posición 2 de los triglicéridos por parte de los lactantes (*J. Nutrition*, 99, pág. 293-298), quienes sugieren que la absorción relativamente baja de la grasa de la mantequilla por parte de los bebés en comparación con la grasa de la leche humana se puede atribuir a su distribución sustancialmente uniforme del ácido palmítico entre las posiciones de los glicéridos de la grasa.
- 25 Con el fin de adaptar mejor las propiedades físicas y/o químicas de las grasas o los aceites de triglicéridos obtenidos de fuentes naturales a las de la grasa de la leche humana, por lo tanto, es necesario controlar la distribución de los restos de ácidos grasos en las posiciones de los glicéridos. Por lo tanto, se conocen procesos para producir selectivamente el triglicérido 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO) para su uso en reemplazos para la grasa de la leche humana.
- 30 El documento EP-A-0209327 desvela composiciones de grasa de reemplazo de leche que comprenden el triglicérido 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO). Las composiciones de grasa pueden obtenerse sometiendo mezclas grasas de 2-palmitoil-glicéridos a la reacción con ácido oleico en presencia de un catalizador, tal como una lipasa, que es regioespecífico en la actividad en las posiciones 1 y 3 de los glicéridos. Los procesos enzimáticos de este tipo también se describen en el documento GB-A-1577933. Bajo la influencia del catalizador, se pueden introducir restos de ácidos grasos insaturados en las posiciones 1 y 3 de los 2-palmitoil-glicéridos mediante el intercambio con ácidos grasos libres insaturados o sus ésteres alquílicos.
- 35 El documento WO 2005/036987 desvela un proceso para producir una base grasa mediante la reacción de un aceite rico en palmito con ácidos grasos insaturados tales como ácido oleico. El contenido total de restos de ácido palmítico de la base grasa es, como máximo, del 38 %, y al menos el 60 % de las fracciones de ácido graso están en la posición 2 de la estructura principal del glicérido. Se puede encontrar una divulgación relacionada, en el documento WO 2005/037373, presentado el mismo día.
- 40 En general, los procesos comerciales para producir triglicéridos emplean materiales de partida que se pueden adquirir con facilidad a un coste razonable en grandes cantidades. Un material de partida adecuado que es relativamente rico en triglicéridos que tienen ácido palmítico en la posición 2 es el aceite de palma. Por lo general, el aceite de palma se fracciona antes de ser empleado en este tipo de proceso.
- 45 El documento WO 2007/029018 describe un proceso para la producción de una composición que comprende 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO), en la que una estearina de aceite de palma, con un índice de yodo (IV) entre aproximadamente 2 y aproximadamente 12 se somete a transesterificación enzimática, con ácido oleico o un éster no glicérido del ácido oleico.
- 50 La solicitud de patente europea relacionada de los presentes inventores n.º 07250834.4 y la solicitud internacional n.º PCT/EP2008/001543 se refieren a un proceso para producir triglicéridos OPO que comprende la aleatorización del material de partida.
- 55 El documento US 4.567.056 desvela una grasa comestible adecuada para producir margarinas y productos para untar bajos en grasa que muestran una buena untabilidad, temperatura de fusión y comportamiento.
- 60
- 65

El documento US 6.034.130 describe una composición lipídica sintética específica en la que se dice que el contenido y la distribución de los ácidos grasos son similares a los de la grasa de la leche humana.

- 5 El documento US-A-2006/0154986 desvela composiciones de triglicéridos específicas que contienen tanto ácidos grasos insaturados omega-3 como ácidos grasos de cadena corta.

10 El documento US2006/0105090 describe composiciones adecuadas para su uso como una grasa o un aceite para freír que pueden derivarse del aceite de palma mediante un proceso que comprende la interesterificación y que comprenden triglicéridos.

El documento EP-A-0803196 desvela una composición de aditivo de mantequilla dura que comprende la fracción de punto de fusión medio de la estearina de palma interesterificada aleatorizada.

- 15 El documento US 3.634.100 describe formulaciones grasas de margarina que tienen un alto contenido de ácidos grasos poliinsaturados a partir de los que se pueden preparar margarinas capaces de envasarse en envoltorios o tubos.

20 El documento WO 2007/029020 desvela un proceso para producir triglicéridos que comprende etapas especificadas.

El documento WO 2006/114791 describe sustitutos de grasa de leche humana (HMF), procesos para su preparación, usos de los mismos, y mezclas de grasas y fórmulas para lactantes que los contienen.

- 25 El documento EP-A-0457401 desvela un método para la producción de fracciones intermedias mediante cristalización fraccionada de sustancias grasas, incluyendo grasas y aceites de glicéridos.

El documento EP-A-0739591 describe triglicéridos ricos en ácidos grasos poliinsaturados.

- 30 Se ha encontrado que se producen dialquilcetonas (DAK) durante la interesterificación química de los lípidos (Verhe R. *et al.*, 97^a AOCS Annual Meeting & Expo, 30 de abril-3 de mayo de 2006). Las DAK contienen dos cadenas de alquilo derivadas de ácidos grasos, es decir, que se trata de cetonas que tienen grupos alquilo (C₁₀-C₂₄) y (C₁₀-C₂₄) de cadena lineal, pudiendo ser los grupos alquilo iguales o diferentes. Sigue existiendo la necesidad de reducir el nivel de DAK producido durante la interesterificación química.

- 35 De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona un proceso para producir estearina de aceite de palma aleatorizada con un nivel reducido de dialquilcetonas (DAK), que comprende la etapa de la interesterificación química de la estearina de aceite de palma en presencia de un catalizador de la interesterificación, en el que la duración de la reacción y/o la temperatura de reacción y/o la cantidad de catalizador se seleccionan para reducir el nivel de DAK.

- 40 En otro aspecto, se proporciona un proceso para producir estearina de aceite de palma aleatorizada con un nivel reducido de DAK, que comprende la etapa de la interesterificación química de la estearina de aceite de palma en presencia de un catalizador de la interesterificación, en el que:

- 45 (i) la interesterificación se lleva a cabo durante más de 10 minutos; y/o
- (ii) la interesterificación se lleva a cabo a una temperatura de 30 a 120 °C; y/o
- 50 (iii) la cantidad de catalizador de la interesterificación es del 0,01 al 0,50 % en peso, preferentemente, del 0,03 al 0,20 % en peso, basándose en el peso total de la estearina de aceite de palma.

- 55 En otro aspecto adicional de la invención, se proporciona un proceso para la producción de una composición de grasa adecuada para su uso en fórmulas para lactantes que comprende: someter la estearina aleatorizada de aceite de palma producida de acuerdo con la invención a una transesterificación enzimática con ácido oleico o un éster no glicérido del mismo; y, opcionalmente, fraccionar el producto de la transesterificación enzimática.

La Figura 1 muestra la separación mediante HPLC de las DAK en los lípidos insaponificables usando la columna de sílice Econosphere (150 x 4,6 mm; 3 µm) y la detección de dispersión de luz por evaporación.

- 60 La Figura 2 muestra el efecto de la concentración del catalizador de la interesterificación en la formación de dialquilcetonas durante la interesterificación de estearina de palma (POsIV35) catalizada por metóxido de sodio de acuerdo con el Ejemplo 2.

- 65 La invención permite la producción de estearina de aceite de palma químicamente aleatorizada con niveles reducidos de DAK. Se ha encontrado, inesperadamente, que es posible reducir el nivel de DAK producido por la interesterificación química mediante la realización de la interesterificación química y la selección de la duración de la

reacción y/o la temperatura de reacción y/o la concentración del catalizador. En particular, se ha encontrado que, sorprendentemente, es posible reducir el nivel de DAK a niveles aceptables usando una concentración de catalizador inferior al aproximadamente 0,3 % en peso, preferentemente, inferior al aproximadamente 0,25 % en peso, tal como del aproximadamente 0,01 al aproximadamente 0,25 % en peso, más preferentemente, del aproximadamente 0,03 al aproximadamente 0,20 % en peso, incluso más preferentemente, del aproximadamente 0,05 al aproximadamente 0,15 % en peso, tal como del aproximadamente 0,06 al aproximadamente 0,1 % en peso.

El proceso para producir estearina de aceite de palma aleatorizada con un nivel reducido de DAK comprende preferentemente seleccionar la concentración de catalizador para reducir el nivel de DAK. El nivel de DAK se reduce preferentemente hasta menos de aproximadamente 200 ppm, tal como menos de 150 ppm, por ejemplo, de 1 a 139 ppm.

La interesterificación química efectúa la interesterificación aleatoria de los glicéridos en la estearina de aceite de palma. La interesterificación aleatoria puede ser parcial o completa.

La expresión "interesterificación química" no incluye el uso de medios biológicos para la transesterificación, tales como enzimas. Se prefiere usar un alcóxido de metal alcalino para la interesterificación, tal como, por ejemplo, metóxido de sodio, etóxido de sodio, o mezclas de los mismos. Sin embargo, se pueden usar otros medios conocidos en la técnica, tales como catalizadores ácidos u otros catalizadores básicos. Los ejemplos de catalizadores básicos alternativos adecuados incluyen hidróxidos de metales alcalinos, tales como hidróxido de sodio.

Preferentemente, el catalizador de la interesterificación es el metóxido de sodio.

La interesterificación se lleva a cabo preferentemente al vacío (por ejemplo, entre 1 y 100 Pa) o bajo una atmósfera inerte, tal como nitrógeno o argón, y preferentemente con agitación, tal como la mezcla, de la solución.

Se prefiere en particular que la mezcla de reacción de interesterificación, que comprende la estearina de aceite de palma y el catalizador, esté esencialmente exenta de agua. Esto se debe a que el agua puede afectar a la eficiencia del catalizador, así como aumentar la producción de DAK. Por "esencialmente exenta de agua", se entiende que la cantidad de agua es inferior al 5 % en peso basada en la estearina de aceite de palma, preferentemente, inferior al 1 % en peso, más preferentemente, inferior al 0,1 % en peso o 0,01 % en peso, tal como aproximadamente del 0 % en peso de agua. Cualquier agua de la estearina de aceite de palma puede eliminarse calentando al vacío a una temperatura superior a, por ejemplo, 90 °C.

La estearina de aceite de palma puede secarse para eliminar el agua antes de la interesterificación. Preferentemente, la estearina del aceite de palma se seca de manera que se elimina prácticamente toda el agua de la estearina del aceite de palma.

En una realización de la invención, la interesterificación química se lleva a cabo preferentemente durante más de 25 minutos, tal como más de 40 minutos o 50 minutos y/o menos de 10 horas, preferentemente, menos de 5 horas, más preferentemente, menos de 2 horas. Preferentemente, la interesterificación se lleva a cabo durante al menos 30 minutos, tal como de 35 a 60 minutos, más preferentemente, de aproximadamente 40 a aproximadamente 50 minutos. El tiempo de reacción o la duración de la reacción se mide cuando se combinan el catalizador y la estearina de aceite de palma. El catalizador se puede añadir a la estearina de aceite de palma, o viceversa. Como alternativa, el catalizador y la estearina de aceite de palma pueden añadirse simultáneamente a un disolvente tal como el alcohol del que se deriva un alcóxido, por ejemplo, metanol o etanol. Preferentemente, se forma una solución que comprende el catalizador y estearina de aceite de palma.

La interesterificación se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de 30 °C a 120 °C, más preferentemente, de 35 °C a 100 °C, lo más preferentemente, de 45 °C a 90 °C, incluso más preferentemente, de 60 °C a 90 °C, tal como de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 80 °C. La temperatura de reacción es preferentemente inferior a 110 °C. La temperatura de reacción es la temperatura de una mezcla de reacción que comprende la estearina de aceite de palma, el catalizador de la interesterificación y cualquier disolvente, en el caso de estar presente.

La cantidad de catalizador de la interesterificación, tal como metóxido de sodio o etóxido de sodio, es preferentemente del 0,03 al 0,50 % en peso basado en el peso total de la estearina de aceite de palma, más preferentemente, del 0,06 al 0,3 % en peso, lo más preferentemente, del aproximadamente 0,07 al 0,25 % en peso, tal como del 0,04 al 0,15 % en peso, del 0,03 al 0,10 % en peso, del 0,05 al 0,09 % en peso o del 0,07 al 0,08 % en peso.

En una realización, la concentración de catalizador es inferior al aproximadamente 0,3 % en peso, preferentemente, inferior al aproximadamente 0,25 % en peso, tal como del aproximadamente 0,01 al aproximadamente 0,25 % en peso, más preferentemente, del aproximadamente 0,03 al aproximadamente 0,20 % en peso, incluso más preferentemente, del aproximadamente 0,05 al aproximadamente 0,15 % en peso, tal como del aproximadamente 0,06 al aproximadamente 0,1 % en peso basado en el peso de la estearina de aceite de palma y la temperatura es

opcionalmente inferior a aproximadamente 110 °C.

5 En una realización, la duración de la reacción, es decir, de la reacción de interesterificación, es preferentemente superior a 25 minutos, tal como superior a 30 minutos, por ejemplo, de entre 35 minutos y 1 hora, la temperatura de reacción es preferentemente de 60 a 120 °C, tal como de 70 a 90 °C y la concentración de catalizador es preferentemente del 0,03 al 0,1 % en peso, más preferentemente, del 0,05 al 0,09 % en peso.

10 En otra realización, la duración de la reacción es preferentemente superior a 40 minutos, por ejemplo, de entre 40 minutos y 2 horas, más preferentemente, de entre 45 minutos y 1,5 horas, la temperatura de reacción es preferentemente de 65 a 110 °C, tal como de 70 a 80 °C, y la concentración de catalizador es preferentemente del 0,06 al 0,25 % en peso, más preferentemente, del 0,1 al 0,20 % en peso.

15 En una realización adicional más, la duración de la reacción es preferentemente superior a 50 minutos, por ejemplo, entre 50 minutos y 2 horas, más preferentemente, de entre 55 minutos y 1,5 horas, la temperatura de reacción es preferentemente de aproximadamente 70 a aproximadamente 100 °C, tal como de aproximadamente 75 a aproximadamente 85 °C y la concentración de catalizador es preferentemente del 0,08 al 0,15 % en peso, más preferentemente, del 0,1 al 0,12 % en peso.

20 En una realización adicional más, la duración de la reacción es preferentemente superior a 50 minutos, por ejemplo, entre 50 minutos y 2 horas, más preferentemente, de entre 55 minutos y 1,5 horas, la temperatura de reacción es preferentemente de aproximadamente 70 a aproximadamente 100 °C, tal como de aproximadamente 75 a aproximadamente 85 °C, y la concentración de catalizador, tal como metóxido de sodio, es preferentemente del 0,03 al 0,15 % en peso, más preferentemente, del 0,06 al 0,12 % en peso.

25 La reacción de interesterificación se detiene preferentemente añadiendo agua, tal como el agua desmineralizada, a la mezcla de reacción. Cualquier catalizador puede retirarse como una fase acuosa usando medios conocidos en la técnica.

30 La estearina de aceite de palma aleatorizada se puede separar de cualquier fase acuosa de la mezcla de reacción y luego secarse para formar un producto que se pueda usar posteriormente.

35 Preferentemente, la estearina de aceite de palma que se somete a interesterificación comprende menos del 5 % en peso de ácidos grasos libres (FFA) basado en el peso total de la composición, tal como del 1 al 3 % en peso, más preferentemente, menos del 1 % en peso, más preferentemente, menos del aproximadamente 0,1 % en peso.

El término ácido graso usado en el presente documento se refiere a ácidos carboxílicos de cadena lineal, saturados o insaturados, que tienen de 4 a 24 átomos de carbono, preferentemente, de 12 a 22 átomos de carbono. Los ácidos insaturados pueden comprender uno, dos o más dobles enlaces, preferentemente, uno o dos dobles enlaces.

40 La estearina de aceite de palma que se somete a interesterificación puede comprender triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos, ácidos grasos libres, o combinaciones de los mismos.

45 En una realización, la estearina de aceite de palma comprende preferentemente al menos el 80 % en peso de triglicéridos basado en el peso total de la composición, más preferentemente, al menos el 90 % en peso de triglicéridos, lo más preferentemente, del 90 al 95 % en peso de triglicéridos, tal como aproximadamente el 95 % en peso.

50 La estearina de aceite de palma puede estar en forma de líquido, es decir, un aceite o un sólido a temperatura ambiente (aproximadamente 30 °C). La estearina de aceite de palma está preferentemente en forma de un sólido a temperatura ambiente. El punto de fusión de la estearina de aceite de palma es preferentemente superior a 40 °C, más preferentemente, superior a 45 °C, lo más preferentemente, superior a 50 °C, tal como de 41 a 60 °C.

En particular, se prefiere que la estearina de aceite de palma sea una fracción de estearina del aceite de palma.

55 La fracción de estearina del aceite de palma puede ser una sola estearina de aceite de palma o una mezcla de estearinas de aceite de palma, por ejemplo, obtenidas en diferentes procesos de fraccionamiento y/o con diferentes propiedades físicas y/o químicas, tales como diferentes temperaturas de fusión o diferentes índices de yodo (IV). Preferentemente, La fracción de estearina del aceite de palma se blanquea y desodoriza antes de la interesterificación. El blanqueo y la desodorización pueden llevarse a cabo usando técnicas que son bien conocidas en la materia.

60 El término "estearina", como se usa en la presente memoria descriptiva, incluye una mezcla de triglicéridos o una mezcla de grasas de la que se ha eliminado al menos el 10 % en peso de los componentes de menor punto de fusión mediante algún tipo de fraccionamiento, por ejemplo, fraccionamiento en seco o fraccionamiento en disolvente.

Preferentemente, la estearina del aceite de palma se proporciona mediante el fraccionamiento del aceite de palma o de un derivado del mismo. Aunque el fraccionamiento puede llevarse a cabo con o sin un disolvente, se prefiere que el fraccionamiento del aceite de palma comprenda el fraccionamiento en seco. Por lo tanto, el proceso de fraccionamiento se lleva a cabo preferentemente en ausencia de un disolvente.

La estearina de aceite de palma, que se somete a la interesterificación, preferentemente, tiene un índice de yodo (IV) de aproximadamente 2 a aproximadamente 40, más preferentemente, de aproximadamente 4 a aproximadamente 35, tal como, de aproximadamente 20 a aproximadamente 30. En particular, se prefiere la estearina de aceite de palma que tiene un IV de 20 a 40 o de 4 a 14. La IV se determina de acuerdo con los métodos convencionales conocidos en la técnica (por ejemplo, ASTM D5554-95 (2001)).

El proceso de la invención puede, en una realización preferida, usar una estearina de aceite de palma que comprende una mezcla de al menos dos estearinas de aceite de palma que tienen diferentes índices de yodo. Por ejemplo, la estearina de aceite de palma puede comprender una mezcla de una primera estearina de aceite de palma que tiene un índice de yodo de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 y una segunda estearina de aceite de palma que tiene un índice de yodo de aproximadamente 25 a 50.

En otro aspecto, la invención proporciona una estearina de aceite de palma aleatorizada que comprende DAK y en la que las DAK están presentes a un nivel de hasta 140 ppm, tal como inferior a 140 ppm, por ejemplo, inferior a 120 ppm, inferior a 45 ppm o 30 ppm, o de 1 a 139 ppm. La estearina de aceite de palma aleatorizada comprende preferentemente DAK a un nivel de 2 a 120 ppm, más preferentemente, de 5 a 100 ppm, incluso más preferentemente de 10 a 90 ppm, tal como de 20 a 80 ppm, más preferentemente de 30 a 60 ppm. En una realización preferida, la estearina de aceite de palma aleatorizada comprende DAK a un nivel de 1 a 49 ppm, por ejemplo, de 5 a 40 ppm o de 10 a 25 ppm. La estearina de aceite de palma aleatorizada es preferentemente una estearina de aceite de palma aleatorizada químicamente, es decir, que se ha producido mediante un proceso de interesterificación química, tal como el proceso definido en el presente documento.

La expresión "nivel reducido de DAK", como se ha mencionado anteriormente en relación con el proceso, incluye preferentemente estos niveles de DAK. Por lo tanto, el proceso de la invención produce preferentemente la estearina de aceite de palma aleatorizada anterior que comprende DAK a un nivel de, por ejemplo, de 1 a 139 ppm.

Preferentemente, la estearina de aceite de palma aleatorizada comprende glicéridos al menos parcialmente aleatorizados.

La interesterificación puede no ser completamente aleatoria, pero preferentemente es aleatoria en gran medida, por ejemplo, más del 75 %, más preferentemente, más del 85 %, tal como más del 95 % de los restos de ácidos grasos pueden cambiar durante la reacción, es decir, menos del 25 %, más preferentemente menos del 15 %, tal como menos del 5 % de los ácidos grasos conservan su posición original en el triglicérido de partida. Los porcentajes se basan en el número de grupos acilo grasos presentes.

Para la estearina de aceite de palma, el grado de aleatorización puede determinarse midiendo el valor de Sn-2 de los ácidos grasos C16:0 del producto. El valor de Sn-2 es el número de moles (o de peso) de los restos de palmitoilo presentes en la posición 2 del glicérido dividido entre el número total de moles (o peso) de los restos de palmitoilo presentes en el glicérido. Por lo tanto, por ejemplo, el OPO puro tendrá un valor de Sn-2 para C16:0 de 1 y el POO puro tendrá un valor de Sn-2 de 0, mientras que una forma completamente aleatorizada de OPO (es decir, que contiene POO y OPO) tendrá un valor de Sn-2 de 0,33. Preferentemente, en la presente invención, la interesterificación se lleva a cabo para dar un valor de Sn-2 para C16:0 de 0,300 a 0,333, más preferentemente, de 0,310 a 0,333, incluso más preferentemente, de 0,315 a 0,333, tal como de 0,320 a 0,333 o de 0,325 a 0,333.

La estearina de aceite de palma aleatorizada de acuerdo con cualquiera de las realizaciones anteriores, con un nivel reducido de DAK, se puede usar por sí misma o para producir una composición que comprenda 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO).

Con el fin de proporcionar una composición que comprenda 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO), la estearina de aceite de palma aleatorizada de la invención se somete preferentemente a una transesterificación enzimática (es decir, no a la interesterificación química definida anteriormente) con ácido oleico o un éster no glicérido del mismo. La transesterificación enzimática tiene como objetivo aumentar la cantidad de OPO en la estearina de aceite de palma aleatorizada de acuerdo con la invención. Los ésteres no glicéridos del ácido oleico que se usan opcionalmente en la invención, además del o como alternativa al, ácido oleico, son preferentemente los ésteres alquílicos. El término "alquilo", como se usa en el presente documento, incluye hidrocarburos saturados de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 12, más preferentemente, de 1 a 6, átomos de carbono.

La estearina de aceite de palma aleatorizada comprende preferentemente 2-palmitoil-glicéridos.

La transesterificación enzimática de acuerdo con el proceso de la presente invención se lleva a cabo preferentemente usando una lipasa específica 1,3 como biocatalizador. En la transesterificación enzimática, los

ácidos grasos de la posición 2 de los triglicéridos, en general, no cambian (por ejemplo, menos del 10 % en moles de grupos acilo grasos en la posición 2, más preferentemente, menos del 5 %, tal como menos del 1 %, cambian durante el proceso).

- 5 Bajo la influencia de una lipasa 1,3, se pueden introducir restos de ácidos grasos insaturados en las posiciones 1 y 3 de los 2-palmitoil-glicéridos mediante el intercambio con los restos de ácidos grasos de otros glicéridos o, más preferentemente, por medio de la transesterificación en la mezcla grasa. El intercambio tiene lugar preferentemente entre ácidos grasos libres insaturados, preferentemente, ácido oleico, o ésteres alquílicos de ácido oleico con alcoholes que tienen de 1 a 6 átomos de carbono. Los 2-palmitoil-glicéridos modificados de esta manera pueden
10 separarse de la mezcla de reacción.

- La reacción de transesterificación enzimática (enzima o enzimática) en el proceso de la presente invención intercambia selectivamente ácido palmítico con ácido oleico en la posición 1,3 en lugar de la posición 2. La reacción de transesterificación normalmente se realiza para alcanzar el o acercarse al equilibrio con una relación de conversión de un mínimo de al menos el 50 %, preferentemente, al menos el 60 %, lo más preferentemente, al
15 menos el 70 %.

- La estearina de aceite de palma aleatorizada se transesterifica selectivamente con ácido oleico o un éster oleílico. Esta reacción reemplaza preferentemente los restos de las posiciones 1 y 3 del glicérido en relación con los de la posición 2. Por lo tanto, el producto tiene mayores cantidades del resto de oleoílo en las posiciones 1 y 3 que en la posición 2. Las condiciones del proceso se seleccionan para proporcionar el grado deseado de selectividad de la enzima. Las enzimas preferidas son lipasas de *Rhizopus delemar* y *Rhizomucor miehei*.
20

- Preferentemente, en la reacción de transesterificación aleatorizada, la estearina de aceite de palma producida de acuerdo con la invención se mezcla con un concentrado de ácido oleico (que comprende ácido oleico libre a una concentración superior al 65 % en peso, preferentemente, superior al 70 % en peso, más preferentemente, superior al 75 % en peso). Como alternativa, el ácido oleico se puede proporcionar como una mezcla que comprende ácido oleico (preferentemente, en una cantidad superior al 65 % en peso), ácido linoleico y, opcionalmente, uno o más otros ácidos grasos. La proporción de la estearina de aceite de palma aleatorizada con respecto al concentrado de ácido oleico es preferentemente de 0,1:1 a 2:1, más preferentemente de 0,4: 1 a 1,2: 1, aún más preferentemente, de 0,4: 1 a 1:1, lo más preferentemente, de 1: 1,1 a 1:2 en una base de peso.
25
30

- La reacción enzimática se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de 30 °C a 90 °C, preferentemente, de 50 °C a 80 °C, tal como de aproximadamente 60 °C a 70 °C, y puede llevarse a cabo por lotes o en forma continua, con o sin un disolvente orgánico inmiscible en agua.
35

- Antes de la reacción de transesterificación enzimática, la humedad se controla preferentemente a una actividad de agua de entre 0,05 y 0,55, preferentemente, de entre 0,1 y 0,5, dependiendo del tipo de sistema enzimático biocatalizador usado. La reacción se puede realizar, por ejemplo, a 60 °C en un tanque agitado o en un reactor de lecho compacto sobre biocatalizadores, a base de concentrados de lipasa D (*Rhizopus oryzae*, previamente clasificada como *Rhizopus delemar*, de Amano Enzyme Inc., Japón) o concentrados inmovilizados de *Rhizomucor miehei* (Lipozyme RM IM de Novozymes A/S, Dinamarca).
40

- El ácido palmítico o los ésteres palmíticos no glicéridos se separan preferentemente del producto de glicérido OPO deseado. Se apreciará que la separación no suele ser completa y que tanto los materiales separados como el producto que queda serán mezclas. Asimismo, la separación del ácido palmítico o los ésteres palmíticos no glicéridos normalmente también separará otros ácidos grasos o los ésteres no glicéridos de ácidos grasos del producto. El término "ácido graso", como se usa en el presente documento, se refiere a ácidos carboxílicos de cadena lineal, saturados o insaturados, que tienen de 12 a 24 átomos de carbono.
45
50

- Con el fin de separar el ácido palmítico y otros ácidos grasos o ésteres palmíticos no glicéridos y otros glicéridos de OPO, la mezcla transesterificada (opcionalmente después de un tratamiento adicional, tal como el aislamiento de la fase grasa) preferentemente se destila. La destilación se lleva a cabo preferentemente a baja presión (por ejemplo, menos de 1 kPa [10 mbar]) y temperaturas elevadas (por ejemplo, más de 200 °C) para eliminar los ácidos grasos de la composición transesterificada.
55

- El proceso de la invención puede comprender además la etapa de fraccionamiento, por ejemplo, fraccionamiento en seco, del producto de la transesterificación enzimática obtenido para formar una composición que comprenda una cantidad mayor de OPO. Sin embargo, esta etapa puede no ser necesaria dependiendo de la pureza del producto final y del uso final deseado del producto.
60

- La composición comprende: 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO); y DAK, en la que las DAK están presentes a un nivel de hasta 140 ppm, tal como inferior a 140 ppm, por ejemplo, inferior a 120 ppm, inferior a 45 ppm o 30 ppm, o de 1 a 139 ppm. La composición comprende preferentemente DAK a un nivel de 2 a 120 ppm, más preferentemente, de 5 a 100 ppm, incluso más preferentemente de 10 a 90 ppm, tal como de 20 a 80 ppm, más preferentemente de 30 a 60 ppm. En una realización preferida, la composición comprende DAK a un nivel de 1 a 49 ppm, por ejemplo,
65

ES 2 744 531 T3

de 5 a 40 ppm o de 10 a 25 ppm.

La composición comprende preferentemente 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO) en una cantidad de al menos el 25 % en peso basado en el peso total de la composición, más preferentemente, al menos el 50 % en peso, incluso más preferentemente, al menos el 75 % en peso, lo más preferentemente, al menos el 85 % en peso, tal como del 30 al 95 % en peso, del 40 al 80 % en peso o del 50 al 70 % en peso.

La composición producida de acuerdo con la invención comprende preferentemente no más del 45 % en peso, más preferentemente, no más del 42 % en peso de ácido palmítico, basado en el contenido total de ácidos grasos y/o al menos el 55 % en peso, más preferentemente, al menos el 58 % en peso de los restos de ácido palmítico están presentes en la posición 2 del glicérido.

Una composición preferida de la invención comprende preferentemente no más del 42 % en peso de ácido palmítico, basado en el contenido total de ácidos grasos, y al menos el 58 % en peso de los restos de ácido palmítico están presentes en la posición 2 del glicérido.

Preferentemente, el contenido de tripalmitoilglicérido (PPP) de la composición producida de acuerdo con la invención es inferior al 9 % (más preferentemente, inferior al 8 %) en peso de la composición.

Preferentemente, la composición producida de acuerdo con la invención se mezcla con al menos un aceite vegetal para formar una mezcla de grasas para su uso como grasa en un producto de reemplazo de la grasa de leche humana. Por lo general, la cantidad de aceite vegetal varía del 1 % al 75 % en peso, más preferentemente, del 5 al 60 % en peso, tal como del 10 al 50 % en peso, basado en el peso total de la mezcla de grasas. Los ejemplos de aceites vegetales adecuados incluyen aceite de girasol, aceite de girasol alto oleico, aceite de cártamo, aceite de coco, aceite de almendra de palma, aceite de colza y aceite de soja, y sus mezclas. Las mezclas de grasas resultantes tienen preferentemente un índice de contenido sólido medido por pulso de RMN en grasas no estabilizadas dentro de los siguientes intervalos: N0 = 35-55; N10 = 25-50 y N30 \leq 10. Estos valores se obtuvieron preferentemente mediante la fusión de la mezcla de grasas a 80 °C, el mantenimiento a 60 °C o más durante al menos 10 minutos, el enfriamiento hasta 0 °C y el mantenimiento a 0 °C durante 16 horas, el calentamiento hasta la temperatura de medición N y el mantenimiento a esa temperatura durante 30 minutos antes de medir el valor N.

En otro aspecto, la invención proporciona una mezcla de grasas que comprende: una composición que comprende 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO); al menos un aceite vegetal, tal como en la cantidad anterior; y DAK, y en la que las DAK están presentes a un nivel de hasta 138 ppm, tal como inferior a 138 ppm, por ejemplo, inferior a 120 ppm, inferior a 45 ppm o 30 ppm, o de 1 a 137 ppm. La mezcla comprende preferentemente DAK a un nivel de 2 a 120 ppm, más preferentemente, de 5 a 100 ppm, incluso más preferentemente de 10 a 90 ppm, tal como de 20 a 80 ppm, más preferentemente de 30 a 60 ppm. En una realización preferida, la mezcla comprende DAK a un nivel de 1 a 30 ppm, por ejemplo, de 5 a 25 ppm.

Como alternativa, la composición de la invención se puede mezclar con una fuente de ácido docosahexaenoico (DHA) o ácido eicosapentaenoico (EPA), tal como aceite de pescado o un aceite microbiano, más preferentemente, en una proporción en peso de 10:1 a 1:10.

Las composiciones o mezclas de grasas de la invención pueden ser adecuadas para reemplazar al menos una parte de la grasa de formulaciones alimentarias para lactantes. Las formulaciones alimentarias para lactantes pueden comprender la composición o mezcla de grasas de la invención junto con una o más de entre proteína, hidrato de carbono, minerales y vitaminas. La presente invención también contempla, por tanto, la producción de composiciones alimentarias para lactantes que comprenden componentes grasos, por ejemplo, en las proporciones en peso relativas aproximadas de 2,5:1:5, en las que al menos una parte de la grasa usada normalmente en dichas formulaciones se reemplaza por la composición o mezcla de grasas preparada de acuerdo con la presente invención. Se pueden dispersar formulaciones secas que contengan esta mezcla, junto con componentes adicionales habituales en dichas formulaciones, para su uso en suficiente agua para producir una emulsión de aproximadamente 2 a 5 gramos de grasa por 100 ml de dispersión. Por lo tanto, una formulación alimentaria para lactantes puede prepararse envasando y etiquetando una composición que comprenda triglicéridos OPO.

La fórmula alimentaria para lactantes comprende la composición o mezcla de acuerdo con la invención y las DAK, y en la que las DAK están presentes hasta un nivel de aproximadamente 40 ppm, tal como de 1 a 28 ppm. La fórmula comprende preferentemente DAK a un nivel de 1 a 20 ppm, más preferentemente, de 5 a 15 ppm, aún más preferentemente, de 5 a 10 ppm, tal como de 2 a 9 ppm, más preferentemente, de 3 a 8 ppm. En una realización preferida, la fórmula comprende DAK a un nivel de 1 a 9 ppm.

En otro aspecto, la invención se refiere a un proceso para producir fórmula para lactantes que comprende la etapa de interesterificación química de estearina de aceite de palma en presencia de un catalizador de la interesterificación, en el que la cantidad de catalizador se selecciona para reducir el nivel de DAK y la fórmula alimentaria para lactantes comprende DAK, y en el que las DAK están presentes a un nivel de hasta 40 ppm.

La interesterificación química puede llevarse a cabo de acuerdo con cualquiera de las realizaciones expuestas anteriormente. El proceso puede comprender además cualquiera de las etapas descritas anteriormente con el fin de producir una fórmula para lactantes como se define de acuerdo con cualquiera de las realizaciones descritas en el presente documento.

5 Preferentemente, la cantidad de catalizador de la interesterificación es del 0,03 al 0,20 % en peso basado en el peso total de la estearina de aceite de palma.

10 La enumeración o descripción de un documento aparentemente publicado previamente en la presente memoria descriptiva no debe considerarse necesariamente una aceptación de que el documento forme parte del estado de la técnica o de que sea el conocimiento común general.

15 En los ejemplos y en toda la presente memoria descriptiva, todos los porcentajes, las partes y las proporciones son en peso, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplos:

Ejemplo 1:

20 Aleatorización de la fracción de estearina de aceite de palma mediante interesterificación química

25 Se calienta 1 kg de fracción de estearina de aceite de palma con un índice de yodo de 14 (POs14) al vacío a 110 °C durante 15 minutos para eliminar toda el agua. Se interrumpe el vacío para añadir etóxido de sodio al 0,05 % y se prosigue con la reacción al vacío durante 45 minutos a 70 °C. La reacción se detiene lavando el aceite varias veces con agua desmineralizada a 80 °C.

Finalmente, la grasa se seca al vacío. Los niveles de DAK de la grasa se pueden cuantificar usando el siguiente protocolo.

30 Determinación de las dialquilcetonas de aceites y grasas comestibles interesterificados mediante cromatografía líquida de alto rendimiento en fase lineal

1. Alcance

35 Este procedimiento es aplicable a aceites y a grasas.

2. Antecedentes/Introducción

40 Se saponifica la muestra con una solución de hidróxido de potasio etanólico. Se extraen los lípidos insaponificables con éter de petróleo. Después del lavado, se evapora el disolvente y se disuelve el residuo en una mezcla de tolueno y hexano. Esta solución se analiza en un sistema de HPLC de fase lineal de sílice con un detector de dispersión de luz por evaporación.

3. Reacciones

45 Ninguna.

4. Reactivos y materiales

50 4.1 Reactivos

etanol (grado analítico)
 hidróxido de potasio (grado analítico)
 éter de petróleo (40-65)
 55 agua destilada
 cloruro de sodio (grado analítico)
 hexano (grado analítico)
 tolueno (grado analítico)
 acetato de etilo (grado analítico)
 60 ácido fórmico (grado analítico)
 cetonas dialquílicas

KOH etanólico 2 M: se disuelven 35 gramos de KOH en 25 ml de agua bajo un suave flujo de nitrógeno. Se deja que la solución se enfríe hasta la temperatura ambiente y se diluye con etanol hasta 250 ml.

65 4.2 Soluciones patrón

Solución primaria de DAK: Se pesan 25 mg de DAK en un matraz de 100 ml. Se disuelve el material en una mezcla de tolueno/hexano (1:1). Se registra el peso del disolvente.

5 Dilución de DAK 1: Se pipetea 2 ml de la solución primaria en un matraz de 10 ml y se registra el peso de la solución. Se diluye con tolueno/hexano (1:1) y se registra el peso del disolvente.

Dilución de DAK 2: Se pipetea 2 ml de la dilución de DAK 1 en un matraz de 10 ml y se registra el peso de la solución. Se diluye con tolueno/hexano (1:1) y se registra el peso del disolvente.

10 5. Aparatos y equipos

Tubo de ensayo de 20 ml con tapón de rosca

Pipeta Eppendorf de 1000 µl

equilibrio analítico

15 agitador de baño de agua

viales de 2 y 24 ml

bloque calefactor

20 6. Tratamiento previo

Se calienta la muestra hasta que se funde por completo. Se evita el sobrecalentamiento de la muestra. En este estado, la muestra debe ser clara. Se puede eliminar la humedad mediante la adición de, por ejemplo, Na₂SO₄.

25 7. Procedimiento

7.1 Curva de calibración

30 Se transfieren algunas de las soluciones de DAK diluidas 1 y 2 a los viales de muestreador automático de HPLC. Se llena un vial con parte de la mezcla de hexano/tolueno (1:1) que se va a usar como blanco. Se configura el muestreador automático para inyectar la siguiente secuencia: blanco (20 µl), Solución de DAK 2 (20, 40, 60 y 80 µl), Solución de DAK 1 (20, 40, 60 y 80 µl). Se configura una curva de calibración representando la cantidad de DAK en el área del máximo (véase: 8. Cuantificación).

35 7.2 Saponificación

Se pipetea 1000 µl de muestra en un tubo de ensayo y se registra el peso. Se añaden 10 ml de solución de KOH etanólica 2 N y algunas piedras de ebullición. Se cierra bien el vial y se calienta la solución durante 20 minutos a 90 °C. Se enfría el tubo de ensayo hasta la temperatura ambiente, se añaden aproximadamente 10 ml de agua y se agita. En caso de ser necesario, la muestra se puede calentar para disolver los jabones.

40 Se añaden 5 ml de éter de petróleo y se mezcla la solución varias veces con un agitador. Se pipetea algunos ml de una solución acuosa saturada de NaCl, obteniéndose una separación clara. Se transfiere la capa completa de éter de petróleo a un segundo tubo de ensayo. Se repite la extracción dos veces y se recoge todo el éter de petróleo en el tubo de ensayo secundario.

45 Se añaden 10 ml de solución de agua/etanol (1:1) al éter de petróleo combinado y se mezcla la solución varias veces con ayuda de un agitador. Se espera hasta que son visibles dos capas antes de añadir 2 x 2 ml de una solución acuosa saturada de NaCl. Se transfiere la capa superior a un tercer tubo de ensayo de 20 ml y se repite la etapa de lavado. Finalmente, se transfiere la capa de éter de petróleo con mucho cuidado a un vial de 20 ml. Se dispone el vial en un bloque calefactor y se evapora el disolvente bajo un flujo suave de nitrógeno. Se pipetea exactamente 4 ml de una mezcla de tolueno/hexano (1:1) en el vial y se disuelve el residuo. Se transfiere parte de la solución de muestra a un vial de muestreador automático de HPLC.

55 7.3 Análisis de HPLC

Las muestras se analizan en un sistema de HPLC en las siguientes condiciones:

disolventes: véase la Tabla 1

flujo: 0,9 ml/min

60 tiempo de ejecución: 25 min

volumen de inyección: 20 µl

detectores: ELSD (tubo de deriva: 75 °C; nebulizador: 1.75 SLPM de nitrógeno)

65 La Tabla 1 muestra un gradiente de HPLC adecuado para la separación de las DAK en lípidos insaponificables usando una columna de HPLC de sílice Alltech Econosphere (150 x 4,6 mm, 3 µm)

Disolventes:

A: hexano

B: acetato de etilo

5 C: tolueno (ácido fórmico a 2,5 ml/l)

Todos los disolventes deben ser de grado HPLC a excepción del ácido fórmico. Se mezcla bien el ácido fórmico para asegurarse de que el ácido esté bien disuelto.

10 Puede ser necesario realizar ligeros cambios cuando se use una columna de HPLC diferente o en función de las condiciones de la columna.

Tabla 1

Tiempo (min)	Flujo (ml/min)	Disolvente			Curva
		A	B	C	
0	0,9	50	0	50	6
5	0,9	50	0	50	6
8	0,9	0	25	75	6
10	0,9	0	25	75	6
		A	B	C	
13	0,9	50	0	50	6
25	0,9	50	0	50	6

15 **8. Cuantificación**

8.1 Identificación de los máximos

Véase la Figura 1.

20

8.2 Cálculo

Se calcula la cantidad de DAK que se ha inyectado expresada en ng. Se configura una curva de calibración representando el área del pico (y) en función de la cantidad calculada de DAK (x) usando la siguiente ecuación. La cantidad de DAK, presente en la muestra (DAK (ng)) se puede encontrar mediante la interpolación del área del pico en la curva de calibración.

25

$$y = a * x^c$$

30 La cantidad de DAK se puede calcular usando:

$$DAK (mg(kg)) = \frac{DAK(ng) * V (ml)}{v(\mu l) * muestra (g)}$$

9. Validación

35

9.1 Reproducibilidad

valor esperado: 100 mg/kg

media: 102 mg/kg

40

desviación típica: 8 mg/kg

número de análisis: 15

Ejemplo 2:

45

Procedimiento de interesterificación

Se calentó aproximadamente 1 kg de estearina de palma (índice de yodo de 35 = POsIV35) hasta 80 °C y se secó aplicando un vacío durante 30 minutos. Después de esto, se liberó el vacío y se añadió el catalizador (metóxido de sodio, NaOMe) al aceite. Se agitó más el aceite a 80 °C al vacío y las muestras se retiraron a t = 15, 30, 45 y 60 min.

ES 2 744 531 T3

Se examinaron tres concentraciones diferentes (0,06 %, 0,1 % y 0,3 %) del catalizador. Se cuantificó el nivel de dialquilcetonas de las muestras de acuerdo con el protocolo descrito anteriormente. El contenido de grasa sólida (CGS) de las muestras se midió de acuerdo con el método IUPAC 2.150 (a). inPOsIV35 = POsIV35 interesterificada.

5 Resultados

Tabla 2.

	POs IV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35
Muestra	0	1	2	3	4
NaOMe (%)	0,3				
Tiempo (min)	0	15	30	45	60
Temp. (°C)	80				
HPLC de DAK (ppm)	0	220	541	764	764
CGS a 10 °C	81,6	86,2	85,8	85,1	85,8
CGS a 20 °C	68,1	70,6	70,1	69,7	70,7
CGS a 30 °C	47,8	47,2	47,0	46,9	48,0
CGS a 40 °C	30,6	26,4	25,8	25,3	25,9
CGS a 45 °C	22,5	19,4	18,9	18,5	19,4

10 La Tabla 2 muestra el análisis de las muestras extraídas en el transcurso de la reacción. La reacción de interesterificación se realizó a 80 °C al vacío con una adición de catalizador del 0,3 % (peso).

Tabla 3

	POs IV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35
Muestra	0	1	2	3	4
NaOMe (%)	0,1				
Tiempo (min)	0	15	30	45	60
Temp. (°C)	80				
HPLC de DAK (ppm)	0	35	67	77	81
CGS a 10 °C	81,6	88,1	88,2	88,0	88,6
CGS a 20 °C	68,1	73,1	72,9	72,8	73,4
CGS a 30 °C	47,8	49,9	49,8	49,3	50,7
CGS a 40 °C	30,6	27,1	27,0	27,2	27,3
CGS a 45 °C	22,5	20,5	20,1	19,8	20,7

15 La Tabla 3 muestra el análisis de las muestras extraídas en el transcurso de la reacción. La reacción de interesterificación se realizó a 80 °C al vacío con una adición de catalizador al 0,1 % (peso).

Tabla 4

	POsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35
Muestra	0	1	2	3	4
NaOMe (%)	0,06				
Tiempo (min)	0	15	30	45	60
Temp. (°C)	80				

(continuación)

	POsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35	inPOsIV35
HPLC de DAK (ppm)	0	18	32	35	41
CGS a 10 °C	81,6	81,7	81,7	82,2	82,2
CGS a 20 °C	68,1	67,7	67,5	67,4	68,3
CGS a 30 °C	47,8	46,6	46,5	46,3	46,8
CGS a 40 °C	30,6	29,2	28,2	27,7	28,4
CGS a 45 °C	22,5	21,4	20,5	20,4	20,6

La Tabla 4 muestra el análisis de las muestras extraídas en el transcurso de la reacción. La reacción de interesterificación se realizó a 80 °C al vacío con la adición de catalizador al 0,06 % (peso).

- 5 De la Figura 2, se desprende que se puede usar la concentración de catalizador para controlar el nivel de formación de DAK durante la interesterificación química. Además, la reducción en la formación de DAK cuando la concentración de catalizador se reduce del 0,3 al 0,1 % en peso y 0,06 % en peso es inesperada. Por lo tanto, el nivel de DAK se reduce sorprendentemente de una manera no lineal.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir estearina de aceite de palma aleatorizada con un nivel reducido de dialquilcetonas (DAK) de 1 a 140 ppm, que comprende la etapa de la interesterificación química de la estearina de aceite de palma en presencia de un catalizador de la interesterificación, en el que la cantidad de catalizador se selecciona para reducir el nivel de DAK.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que
- (i) la interesterificación se lleva a cabo durante más de 10 minutos; y/o
- (ii) la interesterificación se lleva a cabo a una temperatura de 30 a 120 °C; y/o
- (iii) la cantidad de catalizador de la interesterificación es del 0,01 al 0,50 % en peso basado en el peso total de la estearina de aceite de palma.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el catalizador de la interesterificación es metóxido de sodio.
4. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la estearina de aceite de palma comprende menos del 0,1 % en peso de ácidos grasos libres, basándose en el peso total de la estearina de aceite de palma, y/o en donde la estearina de aceite de palma comprende triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos, ácidos grasos libres o combinaciones de los mismos, y/o en donde la estearina de aceite de palma comprende al menos el 80 % en peso de triglicéridos, y/o en donde el punto de fusión de la estearina de aceite de palma es superior a 40 °C.
5. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la estearina de aceite de palma es una fracción de estearina de aceite de palma, y/o en donde la estearina de aceite de palma comprende tripalmitilglicérido, y/o en donde la estearina de aceite de palma tiene un IV de 20 a 40, preferentemente, en donde la estearina de aceite de palma tiene un IV de 4 a 14.
6. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el nivel de DAK de la estearina de aceite de palma aleatorizada es de 1 a 139 ppm, y/o en donde la estearina de aceite de palma aleatorizada comprende glicéridos al menos parcialmente aleatorizados, y/o en donde la mezcla de reacción de interesterificación está esencialmente exenta de agua.
7. Un proceso para la producción de una composición grasa adecuada para su uso en una fórmula para lactantes que comprende someter la estearina de aceite de palma aleatorizada producida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 a una transesterificación enzimática con ácido oleico o un éster no glicérido del mismo; y fraccionar el producto de la transesterificación enzimática.
8. Una estearina de aceite de palma aleatorizada, que comprende DAK a un nivel de 1 a 140 ppm.
9. Una composición que comprende 1,3-dioleoil-2-palmitoil-glicérido (OPO) y DAK a un nivel de 1 a 140 ppm.
10. Una mezcla de grasas que comprende: una composición de acuerdo con la reivindicación 9; al menos un aceite vegetal; y DAK a un nivel de 1 a 138 ppm.
11. Una fórmula alimentaria para lactantes que comprende: una mezcla de grasas de acuerdo con la reivindicación 10 o una composición de acuerdo con la reivindicación 9; y DAK a un nivel de 1 a 40 ppm.
12. Una estearina de aceite de palma aleatorizada que se puede obtener mediante el proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
13. Un proceso para producir fórmula para lactantes que comprende la etapa de interesterificación química de la estearina de aceite de palma en presencia de un catalizador de la interesterificación, en el que la cantidad de catalizador se selecciona para reducir el nivel de DAK, y la fórmula alimentaria para lactantes comprende DAK, y en donde las DAK están presentes a un nivel de 1 a 40 ppm.
14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la cantidad de catalizador de la interesterificación es del 0,03 al 0,25 % en peso basado en el peso total de la estearina de aceite de palma.
15. El proceso de acuerdo con la reivindicación 13 o la reivindicación 14, en el que la fórmula alimentaria para lactantes es como se define en la reivindicación 11.

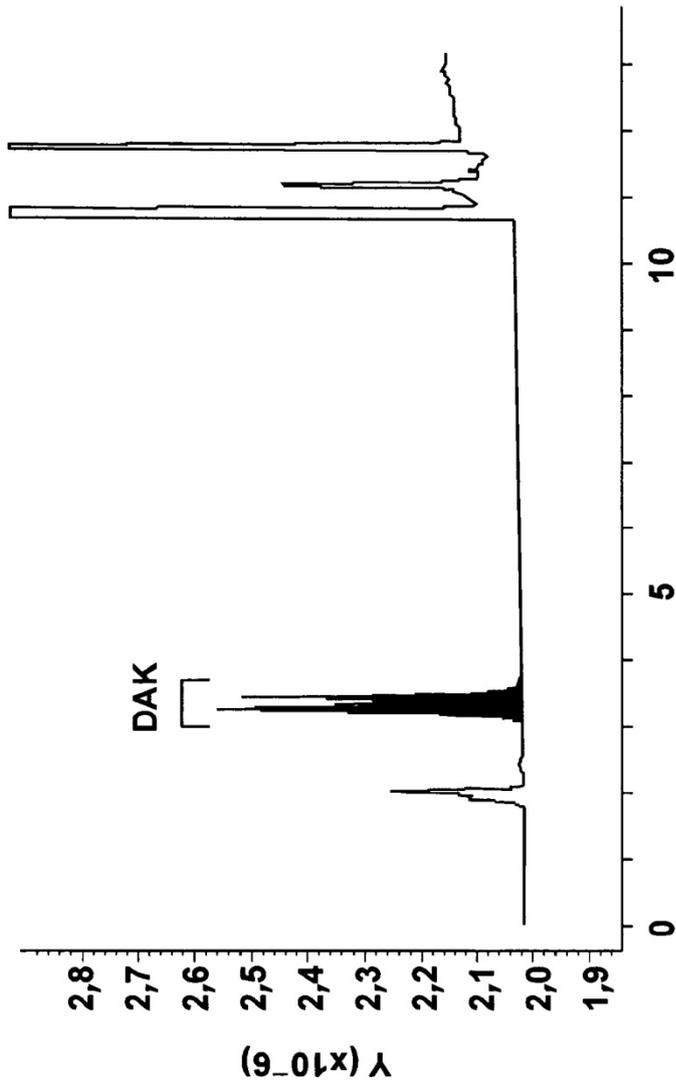


Fig. 1

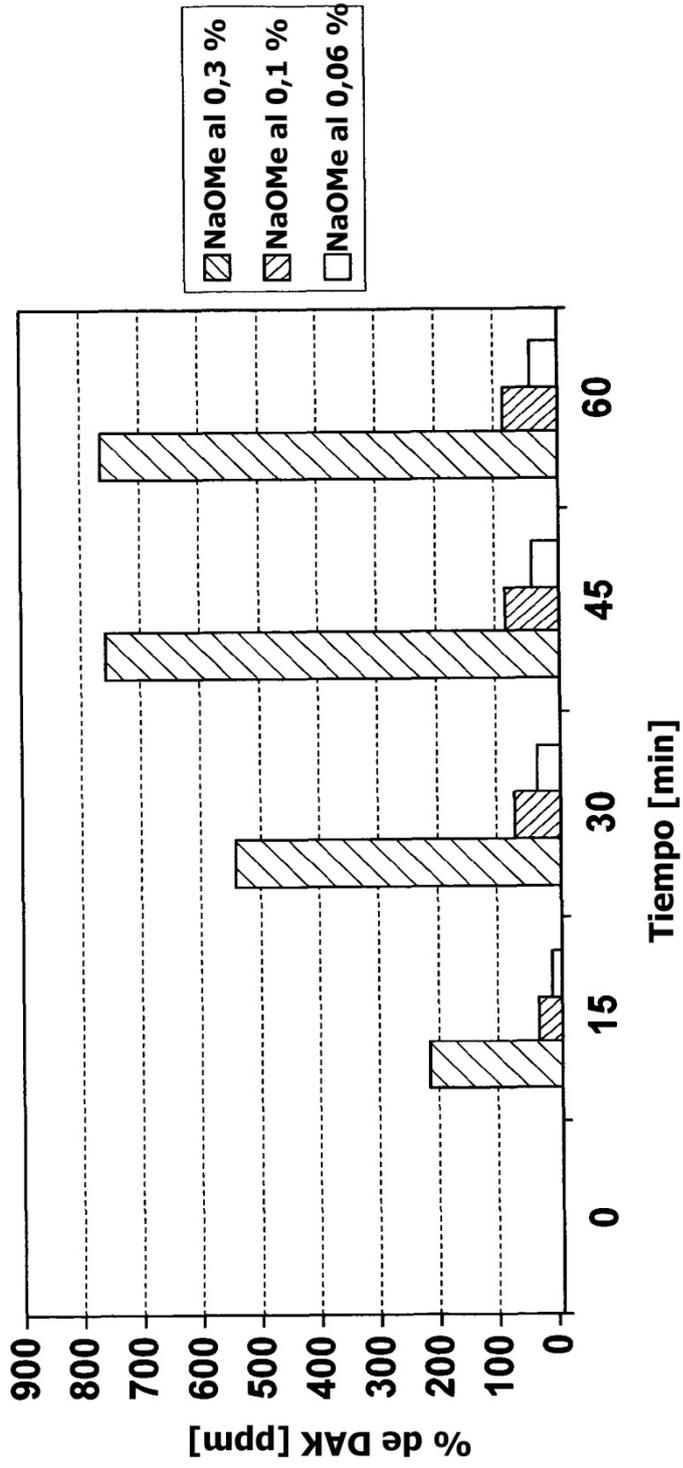


Fig. 2