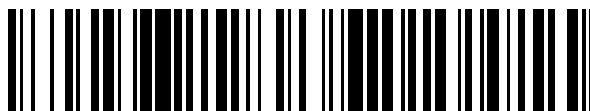


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 773 789**

51 Int. Cl.:

C11B 3/00 (2006.01)

C11B 3/04 (2006.01)

C11B 3/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.10.2011** **E 17204754 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.12.2019** **EP 3327105**

54 Título: **Proceso para producir aceite vegetal refinado**

30 Prioridad:

19.11.2010 GB 201019639

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

14.07.2020

73 Titular/es:

BUNGE LODERS CROKLAAN B.V. (100.0%)

Hogeweg 1

1521 AZ Wormerveer

72 Inventor/es:

BHAGGAN, KRISHNADATH y

WERLEMAN, JEANINE LUELLE

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 773 789 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 producir aceite vegetal refinado

5 La presente invención se refiere a un proceso para tratar un aceite vegetal. <http://www.ilsa.org/Europe/Publications/Final%20version%203%20MCPD%20esters.pdf> divulga que determinados productos alimenticios pueden contener 3-cloropropano-1,2-diol (3-MCPD) y ésteres. Los ésteres son normalmente ésteres de ácidos grasos, incluyendo ácidos carboxílicos C12-C24 saturados o insaturados de cadena ramificada.

10 Existe una necesidad de reducir o eliminar la presencia de 3-MCPD y/o sus ésteres en aceites vegetales y los productos alimenticios que los contienen.

El documento EP-A-0936266 divulga un proceso para refinar determinados aceites brutos comestibles para retener una cantidad sustancial del potencial antioxidativo original en el aceite refinado. El proceso implica modificar las etapas de desgomado, neutralización, blanqueamiento y desodorización, usando (a) una temperatura más baja que la usual y la adición de una solución de ácido cítrico en el proceso de desgomado y (b) eliminando o minimizando sustancialmente el lavado con agua caliente en el proceso de neutralización y (c) eliminando o reduciendo sustancialmente el uso de arcilla cáustica o ácida, que se sustituye por un gel de sílice amorfa en el proceso de blanqueamiento y (d) sustituyendo bien el proceso de desodorización mediante el uso de gas inerte o bien realizando una desodorización corta a una temperatura sustancialmente menor que la temperatura usual de 120-150 °C.

De acuerdo con la invención, se proporciona un proceso como se define en la Reivindicación 1 adjunta, concretamente un proceso para reducir el nivel de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal, que comprende tratar el aceite con una enzima, en el que la enzima es Lipasa G de *Penicillium camemberti*.

Se divulga también en el presente documento un método para reducir el contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal refinado, blanqueado y desodorizado, que comprende desgomar un aceite vegetal, blanquear el aceite desgomado y desodorizar el aceite blanqueado, en el que al menos una de las condiciones de desgomado, blanqueamiento y desodorización se seleccionan para reducir el contenido del 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado a menos de 8 ppm.

Se divulga además en el presente documento un aceite de palma sin interesterificar, refinado, blanqueado, desgomado y desodorizado, o una fracción del mismo, que tiene un contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y ésteres del mismo de menos de 8 ppm.

También se divulga adicionalmente un método para reducir la formación de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo que comprende:

40 desgomar un aceite vegetal utilizando un agente de desgomado que comprende ácido cítrico, blanquear el aceite de desgomado en presencia de un agente blanqueante natural, y desodorizar el aceite blanqueado a una temperatura de menos de 260 °C.

45 También se divulga en el presente documento un proceso para reducir los niveles de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal, tal como aceite de palma, que comprende tratar el aceite con una base.

Los ésteres de 3-cloropropano-1,2-diol son normalmente ésteres de ácidos grasos, incluyendo ácidos carboxílicos C12-C24 saturados o insaturados de cadena ramificada.

50 El aceite vegetal es normalmente un aceite comestible. Preferentemente, el aceite vegetal comprende o es aceite de palma. Se pueden usar aceite de palma, fracciones de aceite de palma o mezclas de aceite de palma y/o sus fracciones en la invención. Los aceites derivados de la palma incluyen aceite de palma, estearina de aceite de palma, oleína de palma, aceite de almendra de palma, estearina de almendra de palma y oleína de almendra de palma, y las mezclas de los mismos.

El desgomado se lleva a cabo preferentemente usando un agente de desgomado que comprende ácido cítrico. Más preferentemente, el agente de desgomado comprende una mezcla de ácido cítrico y ácido fosfórico. La cantidad de ácido fosfórico varía preferentemente de 0 a 50 % en peso basado en los ácidos cítrico y fosfórico totales.

60 Preferentemente, la desodorización se lleva a cabo a una temperatura de menos de 260 °C, más preferentemente a una temperatura de entre 180 °C a 255 °C, incluso más preferentemente de 200 °C a 250 °C. Los métodos generales y el aparato para desodorizar aceites vegetales son bien conocidos por los expertos en la materia.

65 El blanqueamiento se lleva a cabo preferentemente usando un agente blanqueante no activado natural. El agente blanqueante puede comprender una mezcla de un agente blanqueante no activado natural y opcionalmente una

tierra ácida blanqueante activada en una cantidad de hasta 75 % en peso del peso total del agente blanqueante.

Los agentes blanqueantes no activados naturales son generalmente minerales de origen natural que no se han modificado o tratado químicamente, por ejemplo, mediante activación con ácido o álcali.

Los agentes blanqueantes no activados naturales preferidos son arcillas, tales como arcillas que tienen un intercrecimiento de dos o más materiales. Más preferentemente, los agentes de blanqueamiento no activados naturales se basan en un intercrecimiento de minerales de hormita y esmectita. Las arcillas de esmectita incluyen arcillas tales como montmorillonita y bentonita. Tienen una estructura en capas o similar a placas y se caracterizan por sustituciones de iones metálicos dentro de su estructura y están, por tanto, eléctricamente desequilibradas. La hormita o atapulgita es una arcilla de aluminosilicato de magnesio de un tamaño de partículas muy fino con una estructura de tipo cadena en vez de laminar. Los agentes blanqueantes no activados naturales que comprenden un intercrecimiento de minerales de hormita y esmectita pueden tener una estructura intermedia entre la de la bentonita y la de la atapulgita, con lamelas y túbulos formando una red porosa tridimensional.

Por lo tanto, se divulga en el presente documento un método que comprende:

desgomar un aceite vegetal utilizando un agente de desgomado que comprende ácido cítrico, opcionalmente junto con ácido fosfórico, blanquear el aceite de desgomado en presencia de un agente blanqueante no activado natural, y desodorizar el aceite blanqueado a una temperatura de menos de 260 °C.

El contenido del 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado producido mediante el proceso de la invención se reduce preferentemente a menos de 6 ppm, tal como menos de 5 ppm, o menos de 4 ppm, o menos de 3 ppm, o menos de 2 ppm.

Los niveles de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en los aceites se pueden determinar mediante el método CG-EM descrito en los métodos DGF normalizados en <http://www.dqfett.de/methods/c-iii> 18 %20 09 e14.pdf.

Opcionalmente, el aceite se interesterifica como parte del método. La interesterificación puede contribuir a reducir los niveles de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo. La interesterificación se puede llevar a cabo en presencia de una base, tal como metóxido sódico.

También se divulga en el presente documento un método que comprende:

desgomar un aceite vegetal utilizando un agente de desgomado que comprende ácido cítrico, opcionalmente junto con ácido fosfórico, blanquear el agente de desgomado, preferentemente en presencia de un agente blanqueante no activado natural, y desodorizar el aceite blanqueado a una temperatura de menos de 260 °C, en la que el aceite se interesterifica.

El método puede comprender una etapa de tratar el aceite con una base, tal como hidróxido de sodio o metóxido de sodio, para reducir los niveles de 3-cloropropano-1,2 diol y los ésteres del mismo.

Un proceso para reducir el nivel de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal, tal como aceite de palma, que comprende tratar el aceite con una base. Las bases adecuadas incluyen hidróxido de sodio y metóxido de sodio. El aceite producido mediante este proceso se puede tratar en las etapas de blanqueamiento y/o desodorización de los métodos, es decir, blanqueando el aceite y desodorizando el aceite blanqueado, en el que las condiciones de blanqueamiento y desodorización se seleccionan para reducir el contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado a menos de 8 ppm, preferentemente reducido a menos de 6 ppm, tal como menos de 5 ppm, o menos de 4 ppm, o menos de 3 ppm, o menos de 2 ppm.

La invención proporciona un proceso para reducir los niveles de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal, tal como aceite de palma, que comprende tratar el aceite con Lipasa G (de *Pennicillium camembertii*). El aceite producido mediante este proceso se puede tratar en las etapas de blanqueamiento y/o desodorización de los métodos, es decir, blanqueando el aceite y desodorizando el aceite blanqueado, en el que las condiciones de blanqueamiento y/o desodorización se seleccionan para reducir el contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado a menos de 8 ppm, preferentemente reducido a menos de 6 ppm, tal como menos de 5 ppm, o menos de 4 ppm, o menos de 3 ppm, o menos de 2 ppm.

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran la invención y no limitan su alcance de ninguna manera. En los ejemplos y en toda la presente memoria descriptiva, todos los porcentajes, partes y relaciones son en peso, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplos

Ejemplo 1 (de referencia)

Se refinó físicamente aceite de palma en bruto usando condiciones de refino convencionales para obtener aceite de palma (PO) RBD (R = refinado; B = blanqueado; D = desodorizado. El PO RBD contiene ésteres de 3-MCPD a un nivel mayor de 10 ppm.

1200 gramos de PO RBD se trataron con NaOMe (metóxido de sodio) al 0,07 % (p) a 110 °C y presión reducida (< 2 mbar), durante 30 min. Después de esto, se añadió agua a la mezcla de reacción y se lavó cualquier jabón formado durante el tratamiento. El aceite casi exento de jabón se blanqueó a continuación usando condiciones de blanqueamiento convencionales (tierra blanqueante al 1-1,5 % 90 °C) y finalmente se desodorizó a 200 °C durante 4 horas. En el PO tratado refinado, el nivel de ésteres de 3-MCPD se redujo por debajo de 2 ppm.

Ejemplo 2 (de referencia)

1 kg de Oleína de palma (POf IV 64; 16,8 ppm de 3-MCPD) se calentó a 110 °C agitando a la vez a una velocidad promedio. A continuación se secó al aceite aplicando vacío y se añadió NaOCH₃ al 0,1 % (p/p). La mezcla de reacción obtenida se agitó al vacío durante 30 minutos más y se desactivó el NaOCH₃ añadiendo ácido cítrico. El aceite tratado se refinó adicionalmente por medio de un proceso de refino convencional. La desodorización se llevó a cabo a una temperatura menor (180 °C -210 °C).

Mediante este tratamiento, aproximadamente un 75 % de los ésteres 3-MCPD se redujeron para dar un nivel de 2 ppm.

Ejemplo 3 (de referencia): Refino de cPO - efecto del tipo de ácido durante el desgomado

Se refinó físicamente cPO (aceite de palma en bruto) de acuerdo con las siguientes condiciones: se calentó 1 kg de cPO a 105 °C y se añadió ácido al 0,08 % (p/p) y se agitó durante 15 minutos a presión atmosférica. Después de esto, se añadió tierra blanqueante y se agitó la suspensión a 100-250 mbar durante 30 minutos. A continuación, el aceite se filtró y se desodorizó a 255 °C durante 4 horas.

Ácido usado para la etapa de desgomado:

- soluciones de H₃PO₄ al 75 % (Ácido A)
- solución de ácido cítrico al 50 % (Ácido B)

Utilizando Ácido B en la etapa de desgomado se consiguió una reducción del 14 % de la formación de ésteres de 3-MCPD (7,9 ppm de 3-MCPD) en vez de usar Ácido A (9 ppm de 3-MCPD).

Ejemplo 4. Reducción de ésteres de 3-MCPD mediante tratamiento enzimático

A 1 kg de Oleína de palma (POf IV 64; 16,7 ppm de 3-MCPD) se añadió agua desmineralizada al 25 % (p/p) y la temperatura de la emulsión obtenida se ajustó a 40 °C. A esta emulsión se añadió Lipasa G (*Pennicillium camembertii*) al 0,05 % (p/p) y la mezcla se agitó durante 24 horas. Después, esta temperatura se aumentó a 80 °C a fin de desactivar la enzima. La mezcla de reacción sedimentó y se descargó la fase acuosa. La fase oleosa se lavó con agua desmineralizada a fin de eliminar la enzima residual y se secó posteriormente aplicando el vacío.

El aceite seco se refinó adicionalmente de acuerdo con condiciones convencionales. La desodorización se llevó a cabo a una temperatura menor (200 °C, 8 horas).

Mediante este proceso el contenido del éster de 3-MCPD se redujo a 1,9 ppm.

Se divulgan en el presente documento los siguientes párrafos numerados:

Párrafo 1. Un método para producir un aceite vegetal refinado, blanqueado y desodorizado que comprende desgomar un aceite vegetal, blanquear el aceite desgomado y desodorizar el aceite blanqueado, en el que las condiciones de desgomado, blanqueamiento y desodorización se seleccionan para reducir el contenido del 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado a menos de 8 ppm.

Párrafo 2. Un método para reducir el contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal refinado, blanqueado y desodorizado, que comprende desgomar un aceite vegetal, blanquear el aceite desgomado y desodorizar el aceite blanqueado, en el que al menos una de las condiciones de desgomado, blanqueamiento y desodorización se seleccionan para reducir el contenido del 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado a menos de 8 ppm.

Párrafo 3. Un método como se divulga en el párrafo 1 o el párrafo 2, en el que el aceite vegetal comprende aceite de palma o una fracción del mismo.

5 Párrafo 4. Un método como se divulga en una cualquiera de los párrafos anteriores, en el que el desgomado se lleva a cabo usando un agente de desgomado que comprende ácido cítrico.

Párrafo 5. Un método como se divulga en el párrafo 4, en el que el agente de desgomado comprende una mezcla de ácido cítrico y ácido fosfórico.

10 Párrafo 6. Un método como se divulga en una cualquiera de los párrafos anteriores, en el que la desodorización se lleva a cabo a una temperatura de menos de 260 °C.

15 Párrafo 7. Un método como se divulga en una cualquiera de los párrafos anteriores, en el que la desodorización se lleva a cabo a una temperatura de entre 180 °C a 255 °C.

Párrafo 8. Un método como se divulga en una cualquiera de los párrafos anteriores, en el que el blanqueamiento se lleva a cabo usando un agente blanqueante no activado natural.

20 Párrafo 9. Un método como se divulga en una cualquiera de los párrafos anteriores, en el que el contenido del 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado se reduce preferentemente a menos de 4 ppm.

25 Párrafo 10. Un método como se divulga en una cualquiera de los párrafos anteriores, en el que el contenido del 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite desodorizado se reduce preferentemente a menos de 2 ppm.

Párrafo 11. Un aceite de palma no interesterificado, refinado, blanqueado, desgomado y desodorizado, o una fracción del mismo, que tiene un contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y ésteres del mismo de menos de 8 ppm.

30 Párrafo 12. Aceite de palma o una fracción del mismo como se divulga en el párrafo 11 que tiene un contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo de menos de 4 ppm.

35 Párrafo 13. Aceite de palma o una fracción del mismo como se divulga en el párrafo 11 que tiene un contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo de menos de 2 ppm.

Párrafo 14. Producto alimenticio que comprende un aceite de palma o fracción del mismo de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 11 a 13.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para reducir el nivel de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en un aceite vegetal, que comprende tratar el aceite con una enzima, en donde la enzima es Lipasa G de *Penicillium camemberti*.
5
2. Proceso según la Reivindicación 1, en el que el aceite vegetal comprende aceite de palma o una fracción del mismo.
3. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite se desgoma usando un agente de desgomado que comprende ácido cítrico.
10
4. Proceso según la Reivindicación 3, en el que el agente de desgomado comprende una mezcla de ácido cítrico y ácido fosfórico.
5. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite se desodoriza a una temperatura de menos de 260 °C.
15
6. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite se desodoriza a una temperatura de entre 180 °C a 255 °C.
20
7. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite se blanquea usando un agente blanqueante no activado natural.
8. Proceso según la Reivindicación 7, en el que el agente blanqueante no activado natural es una arcilla.
25
9. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el contenido de 3-cloropropano-1,2-diol y los ésteres del mismo en el aceite se reducen a menos de 4 ppm, preferentemente menos de 2 ppm.