

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 811 750**

51 Int. Cl.:

**C11B 3/00** (2006.01)

**C11B 3/10** (2006.01)

**C11B 3/12** (2006.01)

**C11B 3/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.11.2014 PCT/US2014/064773**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.05.2015 WO15073359**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.11.2014 E 14802778 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.07.2020 EP 3068854**

54 Título: **Eliminación de componentes de propanol no deseados**

30 Prioridad:

**14.11.2013 EP 13005366**

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

**15.03.2021**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BRUSE, FALK**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 811 750 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

Eliminación de componentes de propanol no deseados

## 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a la eliminación de componentes de propanol no deseados en triglicéridos desodorizados.

## 10 Antecedentes de la invención

Los aceites en bruto, tal y como se extraen de su fuente original, no son adecuados para el consumo humano debido a la presencia de altos niveles de contaminantes, tales como ácidos grasos libres, fosfátidos, jabones y pigmentos - que pueden ser tóxicos o pueden causar un color, olor o sabor indeseables. Por tanto, los aceites en bruto se refinan antes de su uso. El proceso de refinado generalmente consiste en tres etapas principales: desgomado, blanqueo y desodorización. Un aceite obtenido después de la finalización del proceso de refinado (denominado "aceite refinado") normalmente se considera apto para el consumo humano y, por lo tanto, puede utilizarse en la producción de cualquier número de alimentos y bebidas. Ahora se ha descubierto que el proceso de refinado del aceite en bruto en sí mismo contribuye a la introducción, de diversos niveles de ésteres de ácidos grasos de 3-monocloropropano-1,2-diol (ésteres de 3-MCPD) y ésteres de glicidilo. Las cantidades de éster de 3-MCPD y éster de glicidilo dependen del tipo de aceite y del proceso de refinado. La mayor parte de los aceites vegetales muestran un contenido de éster de 3-MCPD entre 200-800 ppb y un contenido de éster de glicidilo inferior a 500 ppb, pero para el aceite de palma o condiciones de proceso específicas, se pueden encontrar valores incluso superiores a 5000 ppb.

El 3-monocloropropano-1,2-diol libre (3-MCPD) se ha identificado como contaminante durante mucho tiempo en diversos alimentos. Estudios recientes han identificado ésteres de ácido graso de 3-MCPD en grasas comestibles refinadas y en alimentos que contienen grasas. Los ésteres de 3-MCPD se forman a altas temperaturas, en particular durante la desodorización. También se forma 2,3-epoxi-1-propanol (glicidol) en la etapa de desodorización. Tanto los ésteres de glicidilo como los ésteres de 3-MCPD están asociados con un posible efecto carcinogénico.

30 El documento EP 2 449 070 describe un proceso para eliminar componentes de propanol no deseados del aceite de triglicéridos no utilizado, incluido el contacto del aceite contaminado con un adsorbente.

En el documento WO2010/036450 (Sud-Chemie) se hace una sugerencia adicional para reducir el contenido de éster de 3-MCPD. Se basa en un proceso de refinado modificado que utiliza un blanqueo muy intensivo (con altas cantidades de arcillas blanqueadoras).

El documento WO2012/107230 describe un proceso alternativo para la reducción del contenido de éster de 3-MCPD y/o glicidilo, y en donde el proceso comprende someter un aceite a las siguientes etapas, en orden: a) una etapa de blanqueo, b) una etapa de desodorización, c) una etapa de blanqueo final, y d) una etapa de desodorización final en donde la etapa de desodorización final d) se lleva a cabo a una temperatura al menos 40 °C menor que la etapa de desodorización b).

Matthaus describe en Baking + Biscuit International, 1/1/2012 páginas 12-15 la mitigación de ésteres de 3-MCPD en aceites vegetales refinados. Describe una primera etapa a alta temperatura (250-270 °C) combinada con una segunda etapa a temperatura más baja (200 °C) o viceversa, para reducir los ésteres de 3-MCPD.

Matthaus describe en Lipid Technology vol 25, 2013, páginas 151-155, la mitigación de ésteres de 3-MCPD y glicidilo dentro de la cadena de producción de aceites vegetales, especialmente aceite de palma. Describe el uso de la evaporación de recorrido corto como sustituto de la desodorización.

El documento WO 2015/057139 describe la mitigación de los ésteres de 2-MCPD, 3-MCPD y ésteres de glicidilo, y describe un proceso con una evaporación de recorrido corto aplicado a temperaturas de 230 °C o mayores.

El documento WO 2013/084567 describe aceite de palma y un método para producirlo, aplicando una evaporación de recorrido corto en aceite RBD.

El documento EP 1 746 149 describe un proceso con evaporación de recorrido corto para producir aceite comestible con alto contenido de diglicéridos.

60 Frank Pudiel describe en la 103a Reunión Anual de AOCS 2012, páginas 21-22, la mitigación de ésteres de 3-MCPD y glicidilo en aceites de palma refinados y proporciona una lista de medidas de mitigación.

En ILSI Europe 2009, páginas 1-36, se describen ésteres de 3-MCPD en productos alimenticios y la necesidad de optimizar el proceso de refinado.

65 Sería deseable tener un proceso sencillo, suave pero eficaz para la eliminación de estos ésteres de ácidos grasos de

propanol no deseados.  
La presente invención proporciona tal proceso.

#### Sumario de la invención

5 La presente invención se refiere al uso de evaporación de recorrido corto para reducir de aceites de palma refinados, blanqueados y desodorizados el contenido de componentes de propanol seleccionados de ésteres de ácidos grasos de epoxipropanol (= ésteres de glicidilo), en donde la evaporación de recorrido corto se realiza a una presión inferior a 1 mbar, preferentemente inferior a 0,05 mbar, más preferentemente inferior a 0,01 mbar, lo más preferentemente inferior a 0,001 mbar y a una temperatura de 150 a 210 °C.

#### Descripción detallada

15 La presente invención se refiere al uso de evaporación de recorrido corto para reducir de aceites de palma refinados, blanqueados y desodorizados el contenido de componentes de propanol seleccionados de ésteres de ácidos grasos de epoxipropanol, en donde la evaporación de recorrido corto se realiza a una presión inferior a 1 mbar, preferentemente inferior a 0,05 mbar, más preferentemente inferior a 0,01 mbar, lo más preferentemente inferior a 0,001 mbar y a una temperatura de 150 a 210 °C.

20 La presente invención se refiere al uso en donde el contenido de componentes de propanol seleccionados de ésteres de ácidos grasos de epoxipropanol se reduce a un contenido inferior a 500 ppb, preferentemente inferior a 300 ppb, incluso más preferentemente inferior a 150 ppb.

25 En una realización preferida, estos componentes de propanol se eliminan completamente (es decir, por debajo del límite de cuantificación).

#### Evaporación de recorrido corto

30 La evaporación de recorrido corto es una técnica de destilación que implica que el destilado recorra una distancia corta, a menudo solo unos pocos centímetros, y normalmente se realiza a presión reducida. Esta técnica se utiliza a menudo para compuestos que son inestables a altas temperaturas o para purificar pequeñas cantidades de compuestos. La ventaja es que la temperatura de calentamiento puede ser considerablemente más baja (a presión reducida) que el punto de ebullición del líquido a presión normal, y el destilado solo tiene que recorrer una corta distancia antes de condensarse. Un recorrido corto asegura que no se pierda casi ningún compuesto en los lados del aparato.

35 La presente invención se refiere al uso de acuerdo con la reivindicación 1.

40 Además, la evaporación de recorrido corto se realiza a una presión inferior a 1 mbar, preferentemente inferior a 0,05 mbar, más preferentemente inferior a 0,01 mbar, lo más preferentemente inferior a 0,001 mbar.

El uso de la evaporación de recorrido corto permite reducir el contenido y/o eliminar por completo los componentes de los ésteres de glicidilo.

45 A menos que se especifique lo contrario, el contenido de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo, ya sea en solitario o combinados, se determinará utilizando el Método DGF, Métodos normalizados, Sección C (Grasas) C-VI 18(10) o C-VI 17(10).

El aceite de triglicéridos que ingresa al evaporador de recorrido corto se deriva del aceite de palma.

50 El refinado de aceites implica desgomado y/o neutralización. El desgomado es la primera etapa del proceso de refinado. Se usa para separar las encías, fosfolípidos, proteínas, etc., que son insolubles en aceite cuando se hidratan.

#### Blanqueo

55 El blanqueo es un proceso mediante el cual se eliminan las impurezas para mejorar el color del aceite. Por lo general, se realiza antes de la desodorización. La naturaleza de la etapa de blanqueo dependerá, al menos en parte, de la naturaleza y calidad del aceite que se blanquea. En general, un aceite en bruto o parcialmente refinado se mezclará con un agente blanqueador que se combina con productos de oxidación (por ejemplo, peróxidos), trazas de fosfátidos, trazas de jabones, pigmentos y otros compuestos para permitir su eliminación. La naturaleza del agente blanqueador se puede seleccionar para que coincida con la naturaleza del aceite en bruto o parcialmente refinado para producir un aceite blanqueado deseable. Los agentes blanqueadores generalmente incluyen arcillas blanqueadoras naturales o "activadas", también conocidas como "tierras blanqueadoras", carbón activado y diversos silicatos. Un experto en la materia podrá seleccionar un agente blanqueador adecuado de los que están disponibles en el mercado en función del aceite que se refina y el uso final deseado de ese aceite.

Desodorización

La desodorización es un proceso mediante el cual los ácidos grasos libres (FFA) y otras impurezas volátiles se eliminan mediante el tratamiento (o "extracción") de un aceite en bruto o parcialmente refinado con vapor, nitrógeno u otros gases inertes. El proceso de desodorización y sus muchas variaciones y manipulaciones son bien conocidos en la técnica y la(s) etapa(s) de desodorización de la presente invención pueden basarse en una sola variación o en múltiples variaciones del mismo.

La desodorización se lleva a cabo típicamente a temperaturas elevadas y presión reducida para volatilizar mejor los FFA y otras impurezas. La temperatura y la presión precisas pueden variar según la naturaleza y la calidad del aceite que se procesa. La presión, por ejemplo, preferentemente no será superior a 10 mm Hg, pero ciertos aspectos de la presente invención pueden beneficiarse de una presión inferior o igual a 5 mm Hg, por ejemplo, 1-4 mm Hg. La temperatura en el desodorizador se puede variar según se desee para optimizar el rendimiento y la calidad del aceite desodorizado. A mayores temperaturas, las reacciones que pueden degradar la calidad del aceite se producirán más rápidamente. Por ejemplo, a mayores temperaturas, los ácidos grasos cis pueden convertirse en su forma trans menos deseable. El funcionamiento del desodorizador a temperaturas más bajas puede minimizar la conversión de cis a trans, pero generalmente tomará más tiempo o requerirá más medio de separación o menor presión para eliminar el porcentaje requerido de impurezas volátiles. Como tal, la desodorización se realiza típicamente a una temperatura en un intervalo de 180 a 280 °C, con temperaturas de aproximadamente 220-270 °C que son útiles para muchos aceites (nota: las temperaturas reflejan las temperaturas alcanzadas por los aceites en el desodorizador en lugar de, por ejemplo, la del vapor utilizado durante el proceso). Aunque la desodorización se usa para eliminar ácidos grasos libres (FFA) y otras impurezas volátiles, también se sabe que durante el etapa de desodorización, más en particular a alta temperatura, se pueden formar componentes de propanol tales como ésteres de ácidos grasos de cloropropanol y ésteres de ácidos grasos de epoxi propanol.

La invención se ilustrará a continuación en los siguientes ejemplos.

**Ejemplos**

Métodos analíticos

Determinación de 3-MCPD

El análisis de 3-MCPDE y GE, ya sea en solitario o combinados, se realizó de acuerdo con DGF-C-VI 17(10) o DGF-C-VI 18(10).

Composición del aceite

Se utilizó GPC para analizar los ácidos grasos libres (= FFA), glicéridos de mono-acilo (= MAG), di-acil-glicéridos (= DAG) y triglicéridos (= TAG).

Ejemplo 1 -

Material de partida: aceite de palma refinado, blanqueado y desodorizado (= aceite de palma RBD) de Cargill.

La Unidad de Evaporación de Recorrido Corto KDL-5 de UIC se utilizó para la evaporación de recorrido corto.

Se aplicaron las siguientes condiciones:

Temperatura de alimentación: 70 °C  
 Temp. del condensador: 90 °C  
 Temp. del destilado: 70 °C  
 Velocidad de la rasqueta: 366 rpm  
 Presión inferior a 10-3 mbar (está dentro del límite de detección).

Tiempo de estabilización por configuración individual: 10 min para cambio de temperatura, 5 min para cambio de flujo

La velocidad de alimentación y la temperatura del evaporador se ajustaron como se indica en la siguiente tabla.

Los resultados se muestran en la Tabla 1

Tabla 1: Composición de residuos de muestras de SPE de aceite de palma RBD

Temp. del evaporador °C	Ajuste de flujo	TAG	DAG	MAG	FFA	3-MCPD (ppm)	GE (ppm)
RBD	Inicio	89,93	8,91	0,17	0,60	3,5	6,28
120	800	90,10	8,84	0,57	0,33	3,12	6,73
120	200	90,06	8,82	0,68	0,31	3,23	5,35

(continuación)

Temp. del evaporador °C	Ajuste de flujo	TAG	DAG	MAG	FFA	3-MCPD (ppm)	GE (ppm)
150	800	90,14	8,86	0,52	0,35	3,46	5,8
150	200	90,06	8,84	0,62	0,48	3,2	2,64
180	800	87,89	8,97	0,11	0,41	3,38	1,03
180	800	90,26	8,81	0,51	0,42	2,96	1,65
180	200	88,09	9,02	0,00	0,31	3,45	0,48
180	200	90,36	8,77	0,41	0,45	2,59	1,65
210	800	88,10	8,98	0,00	0,31	3,1	0,00
210	800	90,59	8,63	0,38	0,40	2,82	0,36
210	200	89,20	8,06	0,00	0,18	2,5	0,23
210	200	91,78	7,51	0,30	0,41	2,15	0,68
240	800	88,16	8,93	0,00	0,30	3,2	0,85
240	800	91,49	7,80	0,30	0,41	2,19	1,13
240	200	96,54	2,88	0,21	0,37	0,55	0,23
240	100	95,27	2,01	0,00	0,23	0,47	0,16
240	40	97,14	0,00	0,00	0,26	0,31	0,09

Ejemplo 2 (no forma parte de la invención)

- 5 El material de partida es aceite de coco refinado, blanqueado y desodorizado (= CNO RBD) de Cargill.

Se aplicaron las siguientes condiciones:

Temperatura de alimentación: 70 °C  
 Temp. del condensador: 90 °C  
 Temp. del destilado: 70 °C  
 Velocidad de la rasqueta: 366 rpm  
 Presión: inferior a 10<sup>-3</sup> mbar

Tiempo de estabilización por configuración individual: 10 min para cambio de temperatura, 5 min para cambio de flujo

- 10 La velocidad de alimentación y la temperatura del evaporador se ajustaron como se indica en la siguiente tabla.

Los resultados se muestran en la Tabla 2

Tabla 2: Composición de residuos de muestras de SPE de CNO RBD

Temp	Flujo	3-MCPD (ppm)	GE (ppm)
CNO	inicio	0,85	0,35
120	200	0,87	1,70
150	200	0,67	0,37
180	200	0,39	0,01
190	200	0,14	0,09
200	200	0,19	-0,02
210	200	0,12	-0,04
240	200	0,02	0,05

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Uso de evaporación de recorrido corto para reducir del aceite de palma refinado, blanqueado y desodorizado el contenido de componentes de propanol seleccionados de ésteres de ácidos grasos de epoxipropanol, en donde la evaporación de recorrido corto se realiza a una presión inferior a 1 mbar, preferentemente inferior a 0,05 mbar, más preferentemente inferior a 0,01 mbar, lo más preferentemente inferior a 0,001 mbar, y a una temperatura de 150 °C a 210 °C.
- 10 2. El uso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el contenido de componentes de propanol seleccionados de ésteres de ácidos grasos de epoxipropanol, se reduce a un contenido inferior a 500 ppb, preferentemente inferior a 300 ppb, incluso más preferentemente inferior a 150 ppb.