

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 986 915**

51 Int. Cl.:

**B01D 3/00** (2006.01)

**B01D 19/00** (2006.01)

**C11B 3/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.02.2019 PCT/US2019/018944**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.08.2019 WO19165065**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2019 E 19708220 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2024 EP 3755772**

54 Título: **Refinado de aceite comestible**

30 Prioridad:

**21.02.2018 EP 18157904**

**18.07.2018 EP 18184132**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**13.11.2024**

73 Titular/es:

**CARGILL, INCORPORATED (100.0%)**  
**15407 McGinty Road West, Mail Stop 24**  
**Wayzata, Minnesota 55391, US**

72 Inventor/es:

**MAIWORM, MICHAEL y**  
**TARNOW, ARMIN WILLEM-FRIEDRICH**  
**HERMANN**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

ES 2 986 915 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**

Refinado de aceite comestible

5 **Referencia cruzada a solicitudes relacionadas**

Esta solicitud reivindica el beneficio de la solicitud de patente europea n.º de serie 18157904.6 presentada el 21 de febrero de 2018, titulada “REFINADO DE ACEITE COMESTIBLE”, y la solicitud de patente europea n.º de serie 18184132.1 presentada el 18 de julio de 2018, titulada “REFINADO DE ACEITE COMESTIBLE”.

10 **Campo de la invención**

Un equipo de refinado de aceite que comprende una columna de extracción empaquetada y su uso para refinar aceites comestibles.

15 **Antecedentes de la invención**

Los aceites crudos, tal como se extraen de su fuente original, a menudo no son aptos para el consumo humano debido a la presencia de altos niveles de contaminantes, que pueden ser tóxicos o pueden producir un color, olor o sabor indeseables. Los aceites crudos, por lo tanto, típicamente se refinan antes de su uso. El proceso de refinado, de forma típica, consiste en las siguientes etapas principales: desgomado y/o refinado alcalino, blanqueado y desodorización. Un aceite obtenido después de finalizar el proceso de refinado (denominado “NBD” o “aceite RBD”) normalmente se considera apto para el consumo humano por lo que puede utilizarse en la producción de cualquier cantidad de alimentos y bebidas.

25 Los documentos US2012/289726, CN1242409 y EP1905815 describen equipos de refinado.

Además, se sabe que el propio proceso de refinado puede contribuir a la introducción de ciertos contaminantes en el aceite refinado.

30 Por lo tanto, todavía existe la necesidad de mejorar el proceso de refinado de aceites o grasas y proporcionar un equipo adecuado para el proceso de refinado.

La presente invención proporciona dicho equipo, su uso y el proceso correspondiente.

35 **Resumen de la invención**

La presente invención se refiere a un equipo de refinado de aceite que comprende una columna de extracción con empaquetado, caracterizado por que

- 40 a) El empaquetado tiene una superficie específica de 100 a 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 100 a 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 150 a 250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>,
- b) La columna tiene al menos una entrada para un agente decapante y/o para el aceite,
- 45 c) La columna tiene una relación altura diámetro de 0,1 a 10, de 0,5 a 5, de 1 a 4,9, de 1,4 a 4,5, de 1,6 a 2,8.

Se refiere además al uso del equipo de refinado de aceite de la presente invención para degradar, descomponer o romper productos de oxidación de triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos y/o ácidos grasos.

50 Además, se refiere a un proceso para desodorizar un aceite en el equipo de refinado de aceite de la presente invención y el proceso comprende las siguientes etapas:

- 55 a) Pasar un aceite a través de la columna de extracción a una temperatura de 170 a 220 °C, de 180 a 220 °C, de 190 a 210 °C, de 195 a 200 °C,
- b) Aplicar agente decapante al flujo del aceite y poner en contacto el aceite con el agente decapante,
- c) Eliminar volátiles del aceite,
- 60 d) Recoger el aceite desodorizado.

**Descripción detallada**

65 La presente invención se refiere a un equipo de refinado de aceite que comprende una columna de extracción con empaquetado, caracterizado por que

## ES 2 986 915 T3

- a) El empaquetado tiene una superficie específica de 100 a 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 100 a 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 150 a 250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>,  
b) La columna tiene al menos una entrada para un agente decapante y/o para el aceite,  
5 c) La columna tiene una relación altura diámetro de 0,1 a 10, de 0,5 a 5, de 1 a 4,9, de 1,4 a 4,5, de 1,6 a 2,8.

Preferiblemente, el equipo de refinado de aceite es un equipo de refinado de aceite para aceites comestibles.

10 Se ha encontrado que la relación altura-diámetro es de 0,1 a 10, de 0,5 a 5, de 1 a 4,9, de 1,4 a 4,7, de 1,4 a 4,5, de 1,5 a 4,4, de 1,5 a 4,3, de 1,5 a 4,2, de 1,6 a 4,0, de 1,6 a 3,0, de 1,7 a 2,8. También son aplicables relaciones de altura a diámetro de 1,1, 1,2, 1,3, 1,8, 1,9, 2,0, 2,1, 2,2, 2,3, 2,4, 2,5, 2,6, 2,7, 2,9, 3,1, 3,2, 3,4, 3,5, 3,6, 3,7, 4,1. Alternativamente, se pueden aplicar proporciones de altura a diámetro de 6, 7, 8 y 9.

15 En un aspecto de la invención, la relación altura-diámetro es de 0,1 a 10, de 0,5 a 5, de 1 a 4,9, de 1,4 a 4,7, de 1,4 a 4,5, de 1,5 a 4,4, de 1,5 a 4,3, de 1,5 a 4,2, de 1,6 a 4,0, de 1,6 a 3,0, de 1,7 a 2,8 con la condición de que la altura no sea de 1 metro mientras que el diámetro sea de 200 milímetros.

20 El empaquetado puede ser empaquetado aleatorio o empaquetado estructurado. Preferiblemente el empaquetado es un empaquetado estructurado.

25 El término empaquetado estructurado es bien conocido en el campo técnico y se refiere a una gama de materiales especialmente diseñados para su uso en columnas de absorción y destilación. Los empaquetados estructurados generalmente consisten en delgadas placas metálicas corrugadas dispuestas de manera que obligan a los fluidos a tomar trayectorias complicadas a través de la columna y, por lo tanto, crean una gran superficie.

El empaquetado en el equipo de la presente invención tiene una superficie específica de 100 a 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 100 a 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 150 a 400 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 150 a 300 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 200 a 250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>.

30 La “al menos una entrada para un agente decapante y/o para el aceite” se coloca en la columna de manera que se pueda obtener un flujo a favor o en contracorriente de agente decapante y aceite. Preferiblemente, la entrada del agente decapante es tal que sea factible un flujo del aceite en contracorriente. En un aspecto de la invención, la entrada del agente decapante está en el fondo o cerca del fondo de la columna de extracción.

35 Además, la columna tiene una carga de aceite de 0,5 a 3,5 kg/m<sup>2</sup>h de superficie de empaquetado, de 0,6 a 3,4 kg/m<sup>2</sup>h de superficie de empaquetado, de 0,7 a 3,3 kg/m<sup>2</sup>h, de 0,8 a 3,2 kg /m<sup>2</sup>h, de 0,9 a 3,1 kg/m<sup>2</sup>h, de 1,0 a 3,0 kg/m<sup>2</sup>h, de 1,5 a 2,8 kg/m<sup>2</sup>h, de 2,0 a 2,5 kg/m<sup>2</sup>h, preferentemente de 1,0 a 3,0 kg/m<sup>2</sup>h. También es aplicable una carga de aceite de 1,6, 2,2, 2,3, 2,4 o 2,5 kg/m<sup>2</sup>h de superficie de empaquetado.

40 En un aspecto adicional de la invención, el equipo actual permite un tiempo de residencia, más en particular un tiempo de residencia en el empaquetado de extracción de 1 a 10 minutos, de 1 a 9 minutos, de 2 a 8 minutos, de 3 a 7 minutos, de 4 a 6 minutos, de 1 a 5 minutos, de 1 a 3 minutos. También son aplicables tiempos de residencia de 3,2, 3,5 o 4,7 minutos.

45 Es posible permitir un tiempo de residencia adecuado y corto con una baja carga de aceite (expresada en kg/m<sup>2</sup>h superficie de empaquetado) sobre el empaquetado. Un experto entiende que el tiempo de residencia se ve afectado por el tipo de empaquetado, la carga de aceite y las dimensiones de la columna. El tiempo de residencia se puede aumentar o disminuir modificando uno o más de estos factores.

50 Además, la presente invención se refiere al equipo que además comprende no más de una bandeja de recogida de aceite. El equipo de la presente invención no contiene más bandejas de retención.

La bandeja de recogida de aceite “no más de una” es una gama que cubre “hasta una” bandeja de recogida, por lo que tampoco incluye ninguna bandeja de recogida.

55 En un aspecto de la presente invención donde está presente una bandeja de recogida, está destinada a recolectar el aceite que cae del empaque por gravedad y ponerlo a disposición de las bombas que transportan el aceite. No se realizan cambios de proceso y/o calidad en la bandeja de recogida. El único propósito de la bandeja de recogida es recoger y/o acumular aceite con fines de retención. No hay cambios químicos y/o físicos en la calidad del aceite mientras reside en la bandeja de recogida. También es adecuado un equipo de refinado sin bandeja de recogida. En defecto de una bandeja de recogida, el aceite será transportado directamente sin recogida en el equipo de refinado. El aceite se enfría aplicando un intercambiador de calor. No se mezcla el aceite con un aceite de enfriamiento.

60 El equipo de la presente invención no contiene bandejas de retención. Las bandejas de retención, los recipientes de retención o los compartimentos, también conocidos como secciones, siempre están presentes en los equipos desodorizadores estándar conocidos en la técnica, ya sean equipos desodorizadores discontinuos, continuos o semicontinuos. Los desodorantes discontinuos, continuos o semicontinuos se construyen a partir de estos diferentes

compartimentos, las bandejas de retención. En cada bandeja se mantiene el aceite durante un tiempo determinado a alta temperatura y se introduce vapor en el aceite. Se necesita un tiempo de retención prolongado del aceite para obtener cambios físicos y químicos en el aceite, que se obtienen forzando el aceite de una bandeja a la siguiente. Componentes tales como, entre otros, color, sabor y/o precursores de sabor se descomponen en productos de degradación volátiles que luego se eliminan mediante vapor que pasa a través del aceite en las bandejas de retención. Para obtener aceites de calidad aceptable a buena, se requieren tiempos de retención (residencia) prolongados. Sin embargo, se sabe que estos largos tiempos de residencia a altas temperaturas son responsables de la formación de otros contaminantes de proceso no deseados, tales como ésteres de cloropropanol (ésteres de 3-MCPD), ésteres de glicidilo, ácidos grasos trans y similares. Además, se pueden descomponer los componentes presentes en el aceite y que se sabe que son beneficiosos para la estabilidad a la oxidación del aceite y se puede reducir significativamente el contenido de estos componentes tales como tocoferoles, tocotrienoles y similares. Estas son, entre otras, buenas razones para evitar largos tiempos de retención a altas temperaturas.

Además, estas bandejas de retención pueden aumentar la complejidad de los desodorantes conocidos en la técnica y, por lo tanto, generar altos costes de inversión. Las bandejas de retención retienen grandes volúmenes de aceite en el equipo. Mantener volúmenes tan elevados de aceite a alta temperatura durante mucho tiempo también puede representar un costo energético significativo. Cambiar de un aceite comestible a otro es complicado y aumenta el riesgo de que se mezclen.

En un aspecto de la invención, el equipo de refinado de aceite consiste en una columna de extracción con empaque y no más de una bandeja de recogida de aceite y se caracteriza por que

- a) El empaquetado tiene una superficie específica de 100 a 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 100 a 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 150 a 250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>,
- b) La columna tiene al menos una entrada para un agente decapante y/o para el aceite,
- c) La columna tiene una relación altura diámetro de 0,1 a 10, de 0,5 a 5, de 1 a 4,9, de 1,4 a 4,5, de 1,6 a 2,8.

En caso de que el “equipo de refinado consista en una columna de extracción con empaque y no más de una bandeja de recogida de aceite”, indica que la capacidad de refinado del equipo de refinado se obtiene del uso de la columna de extracción y no más de una bandeja de recogida de aceite. Debe entenderse que para hacer funcionar el equipo de refinado, se necesitarán válvulas, bombas, intercambiadores de calor y similares. Se puede utilizar un calentador antes de la columna de extracción.

El agente decapante es vapor o cualquier otro gas de extracción, tal como gas nitrógeno. Preferiblemente se utiliza vapor como agente decapante.

El equipo funciona a una presión absoluta de 0,5 a 10 mbar, de 1 a 9 mbar, de 2 a 8 mbar, de 3 a 8 mbar, de 5 a 8 mbar.

El equipo de la presente invención se opera a una temperatura de 170 a 220 °C, de 180 a 220 °C, de 190 a 210 °C, de 195 a 200 °C, de 198 a 215 °C.

Debe entenderse que el equipo de la presente invención es adecuado para refinar aceites derivados de cualquier tipo, fuente u origen. Puede referirse a aceites o grasas vegetales, aceites o grasas animales, aceites de pescado, aceites microbianos o aceites de algas, preferiblemente aceites comestibles. Pueden derivar, por ejemplo, de una o más fuentes vegetales y/o animales y pueden incluir aceites y/o grasas de un único origen o mezclas de dos o más aceites y/o grasas de diferentes fuentes o con diferentes características. Pueden derivar de aceites convencionales o de aceites especiales tales como aceites de contenido bajo en 3-MCPD, aceites de contenido bajo en GE (GE = ésteres de glicidilo) de aceites y/o grasas modificados o sin modificar (es decir, de aceites en su estado natural o aceites que se han sometido a una modificación química o enzimática, a hidrogenación o a fraccionación), etc. Preferiblemente, derivarán de aceites vegetales o mezclas de aceites vegetales. Algunos ejemplos de aceites vegetales adecuados son: aceite de soja, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de linaza, aceite de oliva, aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de coco, aceite de cacahuate, aceite de colza, aceite de cártamo, aceite de girasol, aceite de semilla de sésamo, aceite de salvado de arroz, aceite de canola, aceite de babasú, aceite de cohune, aceite de tacum, aceite de cuphea, y cualquier fracción o derivado de los mismos. Según un aspecto particular de la invención, los aceites refinados de la presente invención derivarán de aceite de palma. El aceite de palma incluye aceite de palma, así como fracciones de aceite de palma tales como fracciones de estearina y oleína (fracciones simples, dobles y fracciones medias de palma) y mezclas de aceite de palma y/o sus fracciones.

Además, el aceite comestible, preferiblemente el aceite vegetal, es un aceite crudo, un aceite blanqueado, un aceite RBD, un aceite NBD, un aceite refinado-blanqueado-desodorizado-reblanqueado, como tal en referencia al proceso de refinado aplicado a los aceites antes de ingresar al equipo de la presente invención. RBD significa aceite refinado, blanqueado y desodorizado y corresponde a un aceite típico físicamente refinado. NBD significa aceite desodorizado blanqueado neutralizado y corresponde a un aceite refinado químicamente. Preferiblemente, la calidad del aceite es tal que el contenido de ácidos grasos libres no sea demasiado alto. Preferiblemente, la calidad del aceite que ingresa

al proceso en la etapa a) es tal que el contenido de ácidos grasos libres no es más de 0,2 %, no más de 0,15 %, preferiblemente no más de 0,1 %, más preferiblemente no más de 0,07 %, no más de 0,06 % (medido según el método AOCS Ca 5a-40).

5 Se refiere además al uso del equipo de refinado de aceite de la presente invención para degradar, descomponer o romper productos de oxidación de triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos y/o ácidos grasos.

De hecho, los productos de oxidación primaria se descomponen y/o se convierten en productos de oxidación secundaria y los productos de oxidación secundaria se eliminan de los aceites o grasas mediante vaporización y/o  
10 extracción, preferiblemente de aceites y grasas comestibles. Se refiere además al uso en donde se reducen los valores de peróxido de los aceites o grasas comestibles.

Los productos de oxidación primarios incluyen los hidroperóxidos. Los productos de oxidación secundarios son las cetonas y los aldehídos de los hidroperóxidos y ácidos grasos correspondientes.

15 El uso de la presente invención permite obtener un aceite estable a la oxidación con índice de peróxido < 0,1 meq/kg y sabor suave, y el Índice de Estabilidad a la Oxidación (OSI) requerido. Y esto se consigue incluso sin eliminar compuestos volátiles más pesados.

20 Se refiere además al uso del equipo de refinado de aceite de la presente invención como reactor de flujo continuo. Más en particular, la columna de extracción del equipo de refinado se utiliza como reactor de flujo continuo.

El reactor de flujo continuo se asemeja a un reactor de flujo pistón, en el que se utiliza un modelo de reactor de flujo pistón para describir reacciones químicas en sistemas de flujo continuo de geometría cilíndrica y solo proporciona un  
25 tiempo de contacto adecuado.

Además, el uso de la presente invención permite obtener el aceite con pérdidas mínimas de los constituyentes deseados. El uso del equipo de refinado de la presente invención permite obtener una calidad del aceite de buena a  
30 excelente con respecto a la calidad nutricional y la calidad química.

No están presentes contaminantes no deseados y los constituyentes deseados se mantienen en la mayor medida posible.

35 La presente invención se refiere al uso del equipo de refinado actual operado a una temperatura de 170 a 220 °C, de 180 a 220 °C, de 190 a 210 °C, de 195 a 200 °C, de 198 a 215 °C.

Sorprendentemente, se demuestra que al aplicar el equipo refinado de la presente invención, la descomposición, degradación o ruptura de los productos de oxidación se produce en la columna de extracción del equipo de refinado a un ritmo mucho más rápido y a temperaturas significativamente más bajas en comparación con el equipo continuo  
40 estándar (o discontinuos, o semicontinuos), desodorantes con bandejas de retención. Típicamente, el uso del equipo de refinado reivindicado permite obtener la calidad de aceite requerida con respecto a la estabilidad a la oxidación, el olor y el sabor a una temperatura máxima de 220 °C, máxima de 215 °C, y en un tiempo de retención mucho más corto en la empaquetadura de extracción, por ejemplo, máximo de 8 minutos, mientras que un desodorizador continuo estándar funciona a temperaturas más altas y requiere más del doble de este tiempo de retención.

45 El uso de la presente invención se refiere a la reducción de los valores de peróxido de los aceites o grasas vegetales. Esta reducción es significativa. El índice de peróxido (= PV) de 0,30 a 10 meq/kg, de 0,30 a 7 meq/kg, de 0,30 a 5 meq/kg se reduce con al menos 40 %, al menos 50 %, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, al menos 85 %, al menos 90 %, al menos 95 %, al menos 99 %. El índice de peróxido se reduce a un valor de peróxido por debajo de  
50 0,7 meq/kg, por debajo de 0,5 meq/kg, 0,4 meq/kg, 0,3 meq/kg, 0,2 meq/kg, por debajo de 0,1 meq/kg, por debajo de 0,075 meq/kg.

Además, se refiere a un proceso para desodorizar un aceite comestible en el equipo de refinado de aceite de la presente invención y el proceso comprende las siguientes etapas:

55 a) Pasar un aceite comestible a través de la columna de extracción del equipo de refinado de la presente invención a una temperatura de 170 a 220 °C, de 180 a 220 °C, de 190 a 210 °C, de 195 a 200 °C, de 198 a 215 °C,

60 b) Aplicar agente decapante al flujo del aceite y poner en contacto el aceite con el agente decapante,

c) Eliminar volátiles del aceite,

d) Recoger el aceite desodorizado.

65 En un aspecto adicional de la invención, el proceso actual comprende una etapa de precalentamiento antes de la etapa a).

El agente decapante se aplica en paralelo o en contracorriente al flujo del aceite. Preferiblemente, el agente decapante se aplica en contracorriente al flujo del aceite.

5 El tiempo de residencia, más particularmente el tiempo de residencia en el empaquetado de decapado, es de 1 a 10 minutos, de 1 a 9 minutos, de 2 a 8 minutos, de 3 a 7 minutos, de 4 a 6 minutos, de 5 a 5 minutos, de 1 a 3 minutos.

10 La desodorización es un proceso comúnmente conocido. Implica la eliminación de componentes volátiles, la eliminación de sabores desagradables y la degradación térmica de componentes no deseados y normalmente el tiempo de retención es de más de 20 minutos, normalmente entre 20 y 60 minutos, incluso hasta varias horas.

15 Normalmente, la desodorización se produce en un desodorizador, donde el desodorizador puede tener varias configuraciones, tales como recipientes horizontales, desodorizadores verticales de tipo bandeja y combinados con columnas empaquetadas.

20 Se ha descubierto que en la presente invención los aceites o grasas comestibles se pueden desodorizar a baja temperatura y con un tiempo de residencia corto en comparación con el tiempo de residencia en desodorantes estándar. Se ha descubierto que, en el proceso de la presente invención, los productos de oxidación primarios se descomponen y los productos de oxidación secundarios formados se eliminan como volátiles a una temperatura de desodorización baja y con tiempos de residencia cortos. El aceite desodorizado recogido tiene una calidad de buena a excelente, en particular con respecto a parámetros tales como alta estabilidad a la oxidación, color, olor y sabor neutros.

25 El proceso de la presente invención permite reducir significativamente los valores de peróxido, por ejemplo, con al menos 40 %, al menos 50 %, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, al menos 85 %, al menos 90 %, al menos 95 %, al menos 99 %. Además, al trabajar a baja temperatura y con un tiempo de residencia corto, se descubrió que el riesgo de formar contaminantes no deseados, tales como ésteres de ácidos grasos de cloropropanol, epoxipropanoles libres, ésteres de ácidos grasos de epoxipropanol (= ésteres de glicidol, GE) y combinaciones de los mismos, se ha reducido significativamente.

30 En un aspecto del proceso de la invención en donde el agente decapante se aplica en contracorriente al flujo del aceite, el agente decapante se introduce en el fondo o cerca del fondo de la columna de extracción. Además, el agente decapante es vapor o cualquier otro agente decapante tal como gas nitrógeno. Preferiblemente se utiliza vapor como agente decapante.

35 La presión absoluta aplicada en el equipo es de 0,5 a 10 mbar, de 1 a 9 mbar, de 2 a 8 mbar, de 3 a 8 mbar, de 5 a 8 mbar.

40 La temperatura es de 170 a 220 °C, de 180 a 220 °C, de 190 a 210 °C, de 195 a 200 °C, de 198 a 215 °C.

Además, en el procedimiento de la invención el tiempo de retención es más en particular un tiempo de residencia en el empaquetado de separación de 1 a 10 minutos, de 1 a 9 minutos, de 2 a 8 minutos, de 3 a 7 minutos, de 4 a 6 minutos, de 1 a 5 minutos, de 1 a 3 minutos.

45 La presente invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

#### Métodos

50 Columna de extracción - La columna de extracción consiste en un lecho empaquetado estructurado que puede acomodar diferentes tipos de empaquetado y alturas. El aceite se calienta en un calentador eléctrico en línea y se rocía sobre el lecho de empaquetado en la parte superior de la columna de extracción para garantizar una buena distribución del aceite y un contacto íntimo con el agente decapante. El vapor de extracción se introduce en el fondo de la columna de extracción, en contracorriente del flujo del aceite. Diseñado por Cargill y fabricado por VGM (Países Bajos). Forma: cilíndrica vertical. Empaquetado estructurado: Raschig Super-pak RSP 250X; área superficial específica 250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, diámetro: 255 mm; altura máxima: 708 milímetros. La relación altura-diámetro es 2,8. Capacidad (proceso de aceite) (caudal): 15 - 25 kg/h. Material de construcción: Acero inoxidable. Mirilla cerca de la boquilla de distribución de aceite. En la parte inferior de la columna de extracción se encuentra un recipiente de salida con una camisa de refrigeración.

60 El índice de peróxido se mide según el método AOCS Cd 8b-90.

El éster glicídico se determinó utilizando el Método DGF Métodos estándar Sección C (Grasas) C-VI 18(10).

65 El contenido de éster de glicidilo se puede calcular como el resultado de los Métodos estándar del DGF, Sección C (Grasas) C-VI 18(10), Opción A, midiendo el contenido combinado de ésteres de 3-MCPD y ésteres de glicidilo, menos

## ES 2 986 915 T3

el resultado de los Métodos estándar del DGF, Sección C (Grasas) C-VI 18(10) Opción B, medición del contenido de éster de 3-MCPD solo.

Ejemplo 1:

5 Se alimentó aceite de palma RBD con un nivel de peróxido de 1,94 meq/kg a la columna de extracción a un caudal de 22,4 kg/h, cargando aceite 2,5 kg/m<sup>2</sup>h de superficie de empaque, lo que dio como resultado un tiempo de residencia de 3,2 min.

10 La temperatura fue de 178 °C y el vacío en la columna de extracción se mantuvo constante en aproximadamente 2,2 mbar. Se utilizó vapor de extracción (0,3 % en peso con respecto al flujo de aceite) en modo contracorriente para facilitar la eliminación de compuestos volátiles.

15 El aceite de palma recogido tenía un índice de peróxido de 0,31 meq/kg.

La GE del aceite de palma antes y después del tratamiento estuvo por debajo del LOQ.

Ejemplo 2:

20 Se alimentó aceite de colza RBD con un valor de peróxido de 4,54 meq/kg a la columna de extracción a un caudal de 22,4 kg/h, cargando aceite 2,5 kg/m<sup>2</sup>h de superficie de empaquetado, lo que dio como resultado un tiempo de residencia de 3,2 min.

25 La temperatura era de 193 °C. El vacío en la columna de extracción se mantuvo constante en aproximadamente 2,5 mbar. Se utilizó vapor de extracción (0,3 % en peso con respecto al flujo de aceite) en modo contracorriente para facilitar la eliminación de compuestos volátiles.

Después de este tratamiento en la columna de extracción, el nivel de peróxido se redujo a 0,34 meq/kg.

30 Ejemplo 3A

Se transfirió aceite de algas crudo (43 kg) desde el tambor al recipiente de refinado y se calentó hasta 80 °C. Se retiraron aproximadamente 0,5 litros de aceite de algas crudo calentado del recipiente de refinado a un matraz de 1 litro en atmósfera de nitrógeno, y se añadió 1,0 % en peso de sílice (JKC-5) y 0,03 % en peso de celulosa (Filtracel Active 112) con respecto a la masa de aceite crudo inicial al matraz. Se burbujeó nitrógeno a través del aceite en el matraz para minimizar el contacto del aire con el aceite. Se añadió agua desmineralizada (0,4 % en peso con respecto a la masa de aceite crudo inicial) a la suspensión en el matraz. Luego se vació la suspensión en el recipiente de refinado bajo nitrógeno. El contenido del recipiente de refinado se agitó a 270 rpm durante 20 min a presión atmosférica y luego durante 5 min a <2 mbar. El aceite que contenía sílice y celulosa se hizo circular a través del circuito de filtración hasta que se observó que era transparente a través del visor. Luego se pasó a través del filtro de pulido y se transfirió a un recipiente de almacenamiento, que se utilizó como tanque de alimentación para la columna de extracción. El aceite en el recipiente desodorizador se mantuvo a 40 °C con una ligera presión de nitrógeno. El aceite filtrado del recipiente de almacenamiento se alimentó con un caudal de 20 kg/h a la columna de extracción. Un calentador eléctrico en línea en la boquilla de entrada del separador calentó el aceite a una temperatura de 190 °C. El vacío en la columna de extracción se mantuvo constante a ~2,0 mbar. Se utilizó vapor de extracción (2,0 % en peso con respecto al flujo de aceite) en modo contracorriente para facilitar la eliminación de compuestos volátiles. La carga de aceite fue de 2,2 kg/m<sup>2</sup>h y el tiempo de retención fue de 3,5 minutos. Las muestras de aceite para análisis se recogieron sólo cuando se alcanzó un estado estable, como se observa mediante un flujo y temperatura constantes. El aceite extraído se recogió en un recipiente de recogida que se enfrió a ~50 °C y se extrajeron muestras a través de un filtro de pulido. La muestra recogida es 3A.

Ejemplo 3B

55 Se transfirió aceite de algas crudo (40 kg) desde el tambor al recipiente de refinado y se calentó hasta 80 °C. Se preparó una suspensión de aceite/celulosa en un balde de plástico de 5 L como se describió anteriormente, usando 2 L de aceite crudo de algas caliente y 2,0 % en peso de celulosa (Filtracel Active 112) con respecto al aceite crudo inicial. Se roció nitrógeno a través del aceite en el balde de plástico para minimizar el contacto con el aire. Después de transferir esta suspensión al recipiente de refinado, la mezcla en el recipiente de refinado se agitó a 270 rpm durante 5 min y luego se redujo a 30-60 rpm antes de comenzar la filtración. El aceite tratado con celulosa se filtró a través del filtro de vela y luego a través del filtro de pulido, antes de transferirlo al desodorizador discontinuo.

60 El aceite tratado con celulosa se calentó en el desodorizador a 150 °C, bajo una presión reducida de 3,2-3,5 mbar. El vapor de rociado se inició cuando el aceite alcanzó los 100 °C. Se utilizó un máximo de 1,0 % en peso de vapor de burbujeo con respecto a la masa de aceite. Después de 1 hora, el aceite se enfrió a 100 °C antes de alimentarlo a la columna de extracción, mientras se mantenía una sobrepresión de nitrógeno de ~1,1 bar-a en el desodorizador. El aceite del desodorante se alimentó a la columna de extracción a una velocidad de 20 kg/h. La columna de extracción

## ES 2 986 915 T3

se hizo funcionar a una presión reducida de ~2,0 mbar. Se usó un calentador en línea en la boquilla de entrada de la columna de extracción para calentar el aceite que entraba a la columna de extracción a 190 °C. Se suministró vapor de extracción (2,0 % en peso con respecto al caudal de aceite) en contracorriente al flujo de aceite. La carga de aceite fue de 2,2 kg/m<sup>2</sup>h y el tiempo de retención fue de 3,5 minutos. Cuando el proceso alcanzó un estado estable, indicado por un caudal y una temperatura estables, el aceite que salía de la columna de extracción se enfrió a <60 °C y se recogió. Luego se cambió el ajuste de temperatura para la boquilla de entrada de la columna de extracción a 200 °C y, una vez más, se recogieron muestras una vez que el proceso alcanzó un estado estable. Las muestras recogidas están etiquetadas como 3B(i) (190 °C) y 3B(ii) (200 °C).

### Ejemplo 3C

Se transfirió aceite de algas crudo (40 kg) desde el tambor al recipiente de refinado. El aceite se calentó hasta 120 °C. Dos litros del aceite caliente se transfirieron a un cubo de plástico de 5 litros bajo una atmósfera de nitrógeno y se añadieron al aceite en el cubo de plástico 0,5 % en peso de sílice (JKC-7) y 1,0 % en peso de celulosa (Filtracel Active 112), ambos en relación con el aceite crudo inicial, mientras se inyectaba nitrógeno a través del aceite. El contenido se agitó hasta que la mezcla se volvió homogénea. Luego se vertió la suspensión en el recipiente de refinado bajo nitrógeno. El contenido del recipiente de refinado se agitó a 270 rpm durante 30 min a presión atmosférica y luego durante 5 min a <2 mbar.

El contenido del recipiente de refinado se sometió a filtración usando el filtro de vela y luego se transfirió al desodorizador después de pasar a través del filtro de pulido. El aceite filtrado en el desodorizador se calentó a 100 °C a presión reducida (~3,3 mbar) durante 30 minutos, durante los cuales se proporcionó vapor de rociado (1,5 % en peso basado en la masa de aceite en el desodorizador). Luego, el aceite del desodorante se envió a la columna de extracción a contracorriente. El calentador en línea en la boquilla de entrada de la columna de extracción calentó el aceite que ingresaba a la columna de extracción a 190 °C. El aceite se suministró a un caudal de 15 kg/h. Se mantuvo una presión reducida de ~2,0 mbar en la columna de extracción. Se proporcionó vapor de extracción (2,0 % en peso con respecto al caudal de aceite) en contracorriente al flujo de aceite. La carga de aceite fue de 1,6 kg/m<sup>2</sup>h y el tiempo de retención fue de 4,7 minutos. Una vez que se alcanzó un estado estable, indicado por un flujo y una temperatura constantes, se recogieron muestras para su análisis a través del filtro de pulido. Se suministró agua de refrigeración al recipiente de recolección adjunto al fondo de la columna de extracción, por lo que el muestreo se pudo realizar a <60 °C. Luego se ajustó el calentador de entrada en la boquilla de la columna de extracción a una temperatura de 200 °C y se recogieron muestras nuevamente después de que el sistema alcanzó un estado estable. Las muestras recogidas fueron 3C(i) (190 °C) y 3C(ii) (200 °C).

Tabla 1

Muestra #	t-2-P (ppb)	Hexanal (ppb)	DMDS (ppb)	2-MCP (ppb)	Contenido total de carotenoides mg/kg	PV inicial (meq/kg)	PV final (meq/kg)
Aceite crudo	330,99	148,91	2323,94	3856,88	107		
3A	ND	<2,5/<LOQ	ND	ND	83	1,64	0,06
3B(i)	ND	<2,5/<LOQ	ND	ND	86	0,22	0,04
3B(ii)	ND	<2,5/<LOQ	ND	ND	79	0,22	0,06
3C(i)	ND	<2,5/<LOQ	ND	ND	76	0,70	0,10
3C(ii)	ND	<2,5/<LOQ	ND	ND	73	0,70	0,26

Todas las muestras tienen un contenido de DHA de entre 42,5 % y 44,5 %.

A partir de la Tabla 1 se desprende claramente que la suave desodorización del proceso descrito anteriormente tiene un efecto espectacular sobre el nivel de impurezas, reduciéndolas por debajo del límite de detección (ND) o cuantificación (LOQ). Al mismo tiempo, sin embargo, el nivel de carotenoides se conserva sustancialmente con una retención de 68,2 % y de 86,9 %, lo que permite que los aceites mantengan su apariencia coloreada. Por el contrario, el aceite crudo contiene altos niveles de impurezas y el aceite blanqueado y desodorizado refinado convencionalmente tiene muy pocos o ningún carotenoides retenidos.

REIVINDICACIONES

1. Un equipo de refinado de aceite que comprende una columna de extracción con empaquetado **caracterizado por que**
  - a) El empaquetado tiene una superficie específica de 100 a 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 100 a 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, de 150 a 250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>,
  - b) La columna tiene al menos una entrada para un agente decapante, y/o para el aceite,
  - c) La columna tiene una relación altura diámetro de 0,1 a 10, de 0,5 a 5, de 1 a 4,9, de 1,4 a 4,5, de 1,6 a 2,8.
2. El equipo de refinado según la reivindicación 1 en donde la columna tiene una carga de aceite de 0,5 a 3,5 kg/m<sup>2</sup>h de superficie de empaquetado.
3. El equipo de refinado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2 en donde el empaquetado permite un tiempo de residencia de 1 a 10 minutos.
4. El equipo de refinado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en donde la columna de extracción funciona a una temperatura de 170 a 220 °C.
5. El equipo de refinado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en donde el equipo comprende además no más de una bandeja de recogida de aceite.
6. El equipo de refinado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en donde el equipo funciona a una presión absoluta de 0,5 a 10 mbar, de 1 a 9 mbar, de 2 a 8 mbar, de 5 a 8 mbar.
7. Uso de un equipo de refinado de aceite según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 para degradar, descomponer o romper productos de oxidación de triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos y/o ácidos grasos.
8. El uso según la reivindicación 7 en donde el equipo se utiliza como reactor de flujo continuo.
9. El uso según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 8 en donde se reducen los valores de peróxido de los aceites o grasas comestibles.
10. Un proceso para desodorizar un aceite en un equipo de refinado de petróleo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 y el proceso comprende las siguientes etapas:
  - a) Pasar un aceite comestible a través de la columna de extracción del equipo de refinado según la reivindicación 1 a 6, a una temperatura de 170 a 220 °C, a una presión absoluta de 0,5 a 10 mbar,
  - b) Aplicar agente decapante al flujo del aceite, y poner en contacto el aceite con el agente decapante,
  - c) Eliminar volátiles del aceite,
  - d) Recoger el aceite desodorizado.
11. El proceso según la reivindicación 10, en donde el agente decapante se introduce en contracorriente al flujo del aceite.
12. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11, en donde el vapor del agente decapante es gas nitrógeno, preferiblemente vapor.
13. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en donde el índice de peróxido, de 0,30 a 10 meq/kg, de 0,30 a 7 meq/kg, de 0,30 a 5 meq/kg, de aceites o grasas comestibles se reduce con al menos 40 %, al menos 50 %, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, al menos 85 %, al menos el 90 %, al menos 95 %, al menos 99 %.
14. El proceso según la reivindicación 13, en donde el índice de peróxido se reduce a un índice de peróxido inferior a 0,7 meq/kg, inferior a 0,5 meq/kg, 0,4 meq/kg, 0,3 meq/kg, 0,2 meq/kg, inferior a 0,1 meq/kg, inferior a 0,075 meq/kg.