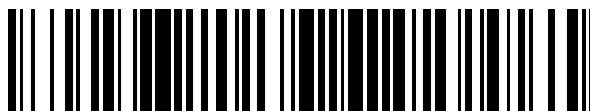


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 575 915**

51 Int. Cl.:

C11B 1/10 (2006.01)

C11B 3/00 (2006.01)

A23D 9/00 (2006.01)

A23J 1/04 (2006.01)

A23J 7/00 (2006.01)

A23L 33/115 (2006.01)

A23L 17/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2012 E 12717168 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016 EP 2697345**

54 Título: **Proceso para el aislamiento de un fosfolípido**

30 Prioridad:

14.04.2011 EP 11162366

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

04.07.2016

73 Titular/es:

**POLAR OMEGA A/S (100.0%)
Lassevejen 20
6700 Esbjerg, DK**

72 Inventor/es:

**SOERENSEN, HANS OTTO y
JENSEN, NILS CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 575 915 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

Proceso para el aislamiento de un fosfolípido

5 Campo de la invención

Esta invención se refiere a un proceso para producir un producto de fosfolípidos a partir de productos marinos. Los fosfolípidos marinos, en particular los que comprenden ácidos grasos omega-3 de cadena larga, como el ácido eicosapentaenoico (EPA) y el ácido docosahexaenoico (DHA), son útiles como aditivos para alimentos funcionales, como suplemento dietético y para su aplicación farmacéutica. Los fosfolípidos marinos pueden aportar efectos beneficiosos a la salud de los seres humanos y animales.

Técnica anterior

15 En los últimos años se ha comprobado que los fosfolípidos que comprenden ácidos grasos poliinsaturados desempeñan papeles importantes en la fisiología. Por lo tanto, los fosfolípidos han captado mucha atención como materiales candidatos para alimentos funcionales y en aplicaciones farmacéuticas.

20 Los fosfolípidos se encuentran en muchas fuentes de material biológico, tales como material vegetal o materias derivadas de animales. Los animales marinos comprenden una fuente particular de fosfolípidos prometedora debido a la composición específica de estos fosfolípidos; en particular, la cantidad de ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga (AGPI), tales como los ácidos grasos omega-3, por ejemplo, el ácido eicosapentaenoico (EPA), el ácido docosahexaenoico (DHA) y el ácido docosapentaenoico (DPA), en fosfolípidos marinos es grande.

25 Los fosfolípidos normalmente comprenden un resto central de glicerol con dos cadenas de ácidos grasos y un grupo fosfato que puede estar derivado adicionalmente. Los fosfolípidos se componen de las siguientes unidades estructurales principales: ácidos grasos, glicerol, ácido fosfórico, aminoalcoholes y carbohidratos. Los fosfolípidos también se pueden denominar lípidos polares, y en el contexto de esta solicitud, los términos "fosfolípidos" y "lípidos polares" se pueden usar indistintamente. Generalmente se considera que los fosfolípidos son lípidos estructurales, que juegan un papel importante en, por ejemplo, la estructura de las membranas de plantas, microbios y animales. Ejemplos de fosfolípidos son la fosfatidilcolina, fosfatidil etanolamina, fosfatidil inositol, fosfatidil serina, fosfatidilglicerol, difosfatidilgliceroles. Debido a su estructura química, los fosfolípidos tienen una naturaleza bipolar, que presenta solubilidad o solubilidad parcial tanto en disolventes polares como no polares.

35 Una característica importante de los fosfolípidos marinos es que habitualmente contienen AGPI con dos o más enlaces insaturados, en particular con cuatro o más enlaces insaturados. Los restos lipídicos de fosfolípidos habitualmente son del tipo omega-3, que a menudo presentan una estabilidad mejorada, por ejemplo, estabilidad oxidativa, cuando se incorporan a fosfolípidos.

40 Existen varios métodos en la técnica anterior para extraer y aislar fosfolípidos a partir de materias primas. Dichos métodos normalmente implican la extracción de disolvente junto con operaciones unitarias adicionales. A continuación se proporcionan varios ejemplos de los procesos de la técnica anterior.

45 El documento WO 2001/76385 desvela un proceso para la producción de materiales polares ricos en lípidos, por ejemplo, fosfolípidos, a partir de biomateriales que son ricos en lípidos polares con ácidos grasos altamente insaturados, es decir, ácidos grasos con cuatro o más enlaces insaturados. Los biomateriales adecuados para el proceso del documento WO 2001/76385 incluyen pescado, crustáceos, microbios, huevos, tejido cerebral, leche, carne y material vegetal incluyendo semillas oleaginosas. Las yemas de huevo se consideran la fuente comercial principal de lípidos polares ricos en ácidos grasos altamente insaturados.

50 El proceso del documento WO 2001/76385 comprende la extracción de lípidos polares a partir del biomaterial usando un disolvente orgánico soluble en agua (por ejemplo, un alcohol) a una concentración de disolvente orgánico soluble de al menos el 68 % en agua. La proteína desnaturalizada, que no es soluble en altas concentraciones de disolvente orgánico soluble en agua, a continuación se separa por separación por densidad, tal como el uso de la gravedad o la fuerza centrífuga, como un precipitado. La fracción líquida de lípidos polares/aceite enriquecido a continuación se puede mezclar con agua a una concentración final de disolvente orgánico soluble en agua del 5 al 35 % para precipitar el lípidos polar, y el lípidos polar se separa del aceite por medio de separación por densidad. Una operación unitaria a modo de ejemplo para la separación por densidad en el documento WO 2001/76385 es una centrífuga decantadora.

60 El documento de Estados Unidos 6.372.460 desvela un método para proporcionar un material de fosfolípidos de DHA, en particular a partir de algas y otros organismos unicelulares que contienen una cantidad significativa de DHA. En un ejemplo se extrae biomasa seca (un alga) con hexano para proporcionar una fracción de DHA rica en hexano, que se centrifuga para eliminar las partículas finas. A continuación los fosfolípidos de DHA se precipitan químicamente y a continuación los fosfolípidos de DHA se recogen por centrifugación.

65

El documento JP 2006-311853 desvela un método para producir una composición de fosfolípidos a partir de pescados y mariscos. Una preocupación particular del documento JP 2006- 311853 es proporcionar una composición de fosfolípidos libres de metales pesados, tales como el cadmio. En el proceso del documento JP 2006-311853 el material de partida, por ejemplo desechos de pescado, se hierva con agua. El material cocido a continuación se separa en un sólido y una fase líquida usando separación centrífuga y/o filtración. A continuación la fase sólida se somete a un proceso de extracción con un disolvente orgánico. El disolvente orgánico puede ser metanol, etanol, propanol, butanol, acetona, cloroformo, cloruro de metileno, hexano o acetona acuosa. A continuación se elimina el disolvente orgánico del extracto, ahora libre de metales pesados, que se somete a purificación cromatográfica.

El documento JP 2008-255182 describe un proceso para producir una composición de fosfolípidos a partir de una fuente comestible, tal como una porción comestible y órganos internos de peces y crustáceos. En el proceso del documento JP 2008-255182 el material de partida se calienta inicialmente con microondas para inactivar las enzimas que, de otro modo, pueden hidrolizar los fosfolípidos de interés. El material tratado térmicamente a continuación se extrae con un disolvente, tal como etanol, hexano o acetona, prefiriéndose el etanol.

El documento JP 2008-044907 proporciona la preparación de fosfolípidos a partir de la extracción con disolvente de pescado con el objetivo de mejorar la calidad del fosfolípido obtenido. El material de pescado se extrae con un disolvente no polar, por ejemplo, hexano, heptano, isooctano, o benceno, un disolvente polar, por ejemplo, metanol, etanol, isopropanol, éter dietílico, acetato de etilo, acetona o una mezcla de un disolvente no polar y un disolvente polar, en particular una mezcla de hexano y etanol. A continuación el disolvente se elimina del extracto, y la fracción obtenida se purifica usando filtración de adsorción en tierra de diatomeas.

El documento WO 2000/23456 desvela un método para la extracción de fracciones de lípidos de animales marinos y acuáticos, por ejemplo, kril o peces. El método comprende la suspensión de material marino y acuático en una cetona tal como acetona para extraer los lípidos. La extracción se puede llevar a cabo por tratamientos sucesivos de acetona y alcohol, por ejemplo, usando isopropanol o t-butanol, y la extracción se debe realizar a una temperatura de aproximadamente 5 °C o inferior. Las fracciones de lípidos solubilizados se pueden separar del material sólido por técnicas tales como filtración, centrifugación o sedimentación, siendo preferida la filtración. Del documento WO 2000/23456 se desprende que el método descrito en ese documento puede proporcionar una fracción enriquecida en fosfolípidos. El método del documento WO 2000/23456 se usa específicamente para la extracción de fosfolípidos derivados de fuentes marinas o acuáticas naturales en el documento WO 2003/011873.

El documento WO 2006/106325 desvela procesos para la producción de composiciones de fosfolípidos, por ejemplo, fosfolípidos marinos. Un proceso del documento WO 2006/106325 comprende la extracción de una harina de pescado con un disolvente orgánico para producir un líquido que contiene lípidos, y someter el líquido a microfiltración. El disolvente orgánico puede ser un disolvente en el que los fosfolípidos y triglicéridos son solubles, tal como hexano, isohexano, ciclohexano o heptano. De acuerdo con el documento WO 2006/106325, los fosfolípidos se agregan en estructuras micelares de gran peso molecular en el disolvente alcano no polar, mientras que todos los lípidos neutros se disuelven en solución dispersa molecular. Las micelas de fosfolípidos se consideran demasiado grandes para su difusión a través de las membranas de microfiltración que tienen tamaños de poro de 0,1 a 0,5 µm, y por lo tanto los fosfolípidos se pueden aislar en este proceso.

En otro proceso del documento WO 2006/106325 el extracto del disolvente de alcano se puede someter a extracción con disolvente y el extracto o residuo se puede poner en contacto con un segundo disolvente en el que los lípidos neutros son más solubles que los lípidos polares, con lo que precipita una composición de fosfolípidos. El segundo disolvente puede ser dióxido de carbono supercrítico, propano, mezclas de dióxido de carbono/propano, mezclas de etanol/agua o cetonas, prefiriéndose la acetona.

Se conocen varios procesos para la separación de fosfolípidos a partir de aceites de origen vegetal. Sin embargo, el contenido de fosfolípidos en el aceite vegetal normalmente es diferente del contenido de aceite de pescado. Así, por ejemplo, un aceite vegetal puede contener del 0,5 al 3 % de fosfolípidos mientras que el contenido en aceite de pescado normalmente estará por debajo del 0,5 %, por ejemplo cerca del 0 %. Además, la composición de lípidos de un aceite de pescado también será diferente de la composición lipídica de un aceite vegetal. Por ejemplo, los aceites vegetales tales como el aceite de oliva, el aceite de colza y el aceite de linaza no contienen ácidos omega-3 que contengan más de 18 átomos de carbono, mientras que en el pescado se encuentran fosfolípidos que contienen ácidos grasos con más de 18 átomos de carbono, por ejemplo, el EPA (20 átomos de carbono) y el DHA (22 átomos de carbono); estos AGPI son de interés particular. Por otra parte, en el procesamiento de un aceite vegetal, el objetivo por lo general es la separación completa del aceite a partir de fosfolípidos sin tener en cuenta el mantenimiento de los fosfolípidos intactos. Por lo tanto, los fosfolípidos vegetales, "lecitinas", habitualmente se hidrolizan, por ejemplo, con ácido o enzimas, con el fin de hacerlos hidrófilos para facilitar su extracción a partir de aceites vegetales.

El documento de Estados Unidos 4.584.141 desvela un proceso de desgomado convencional modificado para la eliminación de impurezas a partir de aceites de triglicéridos. Ejemplos de aceites son aceites vegetales, por ejemplo, aceite de girasol y aceite de soja, aunque el proceso también se sugiere para el uso con el aceite de cártamo, aceite

de semilla de algodón, aceite de semilla de uva, aceite de maíz, aceite de colza, aceite de salvado de arroz, sebo y aceite de pescado. En el proceso del documento de Estados Unidos 4.584.141 el aceite se mezcla con fosfátido hidrolizado y agua antes de separar el aceite en una parte oleosa y una parte de lodo y la separación de la parte de lodo en una fase acuosa y una fase oleosa. El documento de Estados Unidos 4.584.141 por tanto requiere la adición de fosfolípido hidrolizado, y por lo tanto no es adecuado para el aislamiento de fosfolípidos como producto.

El documento de Estados Unidos 6.172.247 se refiere a métodos para la refinación de aceites vegetales y sus subproductos. El proceso de refinado de aceite vegetal usa ácido orgánico, por ejemplo para producir un aceite vegetal refinado con un mejor olor, sabor y estabilidad de almacenamiento, y un contenido reducido, por ejemplo, de ácidos grasos libres y fosfátidos. El proceso implica la mezcla de una solución de ácido orgánico acuoso diluido con una corriente caliente de aceite vegetal crudo para dar una mezcla de ácido-aceite y la separación de una fase de impurezas hidratadas y una fase de aceite vegetal purificado. La fase de impurezas hidratadas es un concentrado de fosfátidos y comprende lecitina hidrolizada. El documento de Estados Unidos 6.172.247 describe además un proceso de "Desodorización de la lecitina" que comprende añadir peróxido de hidrógeno a la fracción de lecitina hidrolizada. El documento de Estados Unidos 6.172.247 requiere como mínimo la adición de ácido orgánico o peróxido de hidrógeno para proporcionar las ventajas de los procesos, y no se desvela cómo se pueden aislar fosfolípidos intactos y, además, el documento de Estados Unidos 6.172.247 se limita a aceites vegetales.

El documento US 2006/110521 se refiere a aceites no animales no hidrogenados o parcialmente hidrogenados, y el documento US 2006/110521 desvela procesos para su preparación. El aceite se prepara en las etapas de preparación, craqueo y descascarado, acondicionamiento, molienda, descamación o prensado, extracción, desgomado, refinado, blanqueo y desodorización. La extracción del aceite se puede realizar usando un disolvente, tal como n-hexano o isohexano, y el desgomado para eliminar los fosfátidos hidratables se lleva a cabo mediante la adición de agua y calor. El proceso del documento US 2006/110521 sin embargo se considera poco adecuado para el tratamiento de pescado, ya que estos contienen cantidades significativas de EPA y DHA.

El documento US 2005/129739 sugiere que se pueden recuperar fosfolípidos de pescado, microalgas, u hongos a través de un proceso de desgomado físico o químico. Sin embargo, no se desvela el proceso de desgomado, y además los únicos procesos para la extracción de aceite descritos en el documento US 2005/129739 son para la extracción a partir del material vegetal.

El documento EP 0269277 desvela un proceso para el desgomado de aceites de triglicéridos para la eliminación de fosfolípidos o gomas de los aceites. El objeto del documento EP 0269277 es producir un producto de aceite con un contenido de fósforo reducido en el aceite, y esto se logra dispersando un ácido orgánico o un anhídrido de ácido en el aceite, a una temperatura no superior a aproximadamente 40 °C, posteriormente la dispersión de agua en el aceite, mientras se mantiene esta temperatura, y a continuación separar un lodo que contiene las gomas del aceite. En el tratamiento de acuerdo con el documento EP 0269277 los fosfolípidos en el aceite se hidrolizarán e hidratarán con el proceso, y por lo tanto el proceso no es adecuado para la extracción de fosfolípidos intactos.

En vista de lo anterior existe una necesidad de un proceso robusto y escalable capaz de procesar grandes cantidades de materia prima para obtener un producto de fosfolípidos. En particular, hay una necesidad de un proceso eficaz para aislar fosfolípidos y también para proporcionar un producto enriquecido en AGPI a partir de materia prima derivada de pescado. La presente invención aborda estos puntos.

Descripción de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para producir un producto de fosfolípidos a partir de un aceite de pescado. El proceso comprende las etapas de:

- proporcionar un aceite de pescado que contiene lípidos y fosfolípidos;
- en una primera etapa de extracción con disolvente polar, mezclar el aceite de pescado con un disolvente polar, en el que la relación de disolvente polar a aceite de pescado es de 5:95 a 25:75;
- centrifugar la mezcla de aceite de pescado y el disolvente polar para separar una fracción polar a partir de una fracción de lípidos;
- en una segunda etapa de extracción con disolvente polar, mezclar la fracción polar con el disolvente polar y el aceite de pescado, que no ha sido tratado en la primera etapa de extracción con disolvente polar para proporcionar una mezcla que comprende hasta el 5 % de disolvente polar; del 25 % al 75 % de aceite de pescado y el resto de fracción polar;
- separar la mezcla de la fracción polar, el disolvente polar y el aceite de pescado en una fracción polar concentrada y una fracción de lípidos; y
- aislar un fosfolípido de la fracción polar concentrada.

En ciertas realizaciones de los procesos, la etapa que proporciona el aceite de pescado comprende:

- extraer un material de pescado con un disolvente de extracción;
- eliminar el disolvente de extracción para proporcionar el aceite de pescado;

- opcionalmente someter el aceite de pescado a una separación sólido-líquido.

Cualquier aceite de pescado es adecuado para los procesos siempre que el aceite de pescado contenga tanto lípidos como fosfolípidos y también ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga (AGPI), y el aceite de pescado se pueda obtener a partir de cualquier especie de pescado. En este contexto, el término "pescado" abarca tanto especies de vertebrados como invertebrados de animales marinos, como peces, moluscos, por ejemplo, pulpos, calamares y sepias, o crustáceos, por ejemplo, kril, camarones, cangrejos, langostas, camarones mantis, cochinillas, pulgas de arena. Peces de especial relevancia comprenden lanzón (*Hyperoplus* sp., *Gymnammodytes* sp. o *Ammodytes* sp., por ejemplo *Hyperoplus lanceolatus*), espadín (*Sprattus sprattus*), arenque (*Clupea* sp., por ejemplo, *Clupea harengus*), anchoa (*Engraulis* sp., por ejemplo *Engraulis ringens*), ochavo (*Capros aper*), faneca noruega (*Trisopterus esmarkii*), capelán (*Malotus villosus*), bacaladilla (*Micromesistius poutassou*), y jurel (*Trachurus murphyi*). Ciertas realizaciones de la invención emplean un material de pescado. El término "material de pescado" ha de entenderse en sentido amplio y puede comprender cualquier material derivado de un pez tal como se define en la invención. El material de pescado puede ser en especial cualquier material derivado de la producción de harina de pescado. El material de pescado también puede proceder de pescado que no ha sido sometido a un tratamiento térmico; por ejemplo, el material de pescado puede ser desechos de pescado o similares procedentes de la producción de pescado para consumo humano.

Para el presente proceso es relevante cualquier tipo de fosfolípido de peces, y el término fosfolípido dentro de la presente descripción no se limita a los lípidos polares naturales sino que también incluye lípidos polares modificados químicamente. Los fosfolípidos que contienen AGPI son de interés particular en la presente invención. El proceso de la invención es especialmente adecuado para el aislamiento de un fosfolípido intacto. En particular, el fosfolípido no se hidroliza en el proceso, y en ciertas realizaciones de la invención no se añade aditivo, que puede hidrolizar un fosfolípido en el proceso. Los compuestos relevantes que pueden hidrolizar un fosfolípido comprenden ácidos, por ejemplo ácido fosfórico, ácidos orgánicos, por ejemplo ácido cítrico, anhídridos de ácido, peróxido de hidrógeno, y enzimas, por ejemplo lipasas y fosfolipasas. El fosfolípido intacto que comprende tanto cadenas de ácidos grasos como el grupo fosfato unidos al resto central de glicerol estabilizarán los AGPI, en particular el EPA y el DHA, frente a la degradación, tal como la degradación oxidativa. Además, en otras realizaciones no se añade agente tensioactivo en el proceso.

El aceite de pescado se puede obtener usando cualquier proceso disponible aunque el aceite de pescado, ventajosamente, se puede obtener de acuerdo con la invención. Cuando los fosfolípidos se obtienen de acuerdo con la invención se reducirá el contenido de contaminantes, tales como metales pesados, por ejemplo, plomo, cadmio, pesticidas y productos de descomposición de pesticidas, por ejemplo, toxafeno, clordán, DDD, DDE, DDT, endosulfán, endrina, heptacloro, hexaclorobenceno (HCB), hexaclorociclohexano (HCH), otros compuestos nocivos, por ejemplo, dioxinas, bifenilos policlorados (PCB), y contaminantes orgánicos persistentes (COP). Por lo tanto, cuando un material de pescado se procesa de acuerdo con la invención, los fosfolípidos aislados contendrán contaminantes no deseados en cantidades aceptables para su uso en productos alimenticios para seres humanos o animales.

En la invención se puede usar cualquier disolvente polar. Es importante destacar que el disolvente polar debe ser capaz de extraer los fosfolípidos del aceite de pescado. El disolvente polar se selecciona de manera que sea inmiscible con el aceite de pescado, de modo que la adición del disolvente polar al aceite de pescado creará un sistema de dos fases. Un disolvente polar preferido es el agua.

Los fosfolípidos se pueden encontrar en forma micelar con la "cabeza" polar orientada al centro de la micela u orientada al disolvente dependiendo de la polaridad del disolvente. En particular, los fosfolípidos pueden tener una "concentración micelar crítica" o CMC, de modo que cuando los fosfolípidos están presentes por encima de esta concentración en un disolvente formarán micelas, con el tipo de micelas que depende de la polaridad del disolvente. Por ejemplo, cuando están presentes en un disolvente polar por encima de la CMC los fosfolípidos formarán micelas con el resto polar orientado al disolvente polar. Por debajo de la CMC los fosfolípidos se pueden encontrar en una forma generalmente disuelta en cualquiera de un disolvente polar o apolar. Los presentes inventores sorprendentemente ahora han descubierto que cuando se mezcla un aceite de pescado que contiene fosfolípidos y AGPI con un disolvente polar, es posible extraer de forma preferente los fosfolípidos y también los AGPI al disolvente polar en una forma micelar al considerar cuidadosamente la relación de disolvente polar a aceite de pescado y la naturaleza del disolvente polar. La cantidad de disolvente polar deberá ser suficiente para que los fosfolípidos formen micelas, y dependerá de la cantidad de fosfolípidos y ácidos grasos libres. Esto permite que los fosfolípidos, y por lo tanto también los AGPI, se extraigan y se aislen del aceite de pescado; en particular, la naturaleza simple de la extracción, es decir, la mezcla de un aceite de pescado y un disolvente polar, permite que el proceso se use a escala industrial. Además, la invención permite que una fracción del aceite de pescado se pueda enriquecer en AGPI, por ejemplo, EPA y DHA, ya que estos son comunes entre las cadenas de ácidos grasos de los fosfolípidos en el aceite de pescado. Los procesos de la invención pueden comprender, además, el análisis de la fracción polar o de la fracción polar concentrada para la presencia de un exceso de disolvente polar, por ejemplo, exceso relativo a la formación de micelas de fosfolípidos. El análisis se puede usar para controlar, por ejemplo, ajustar, la cantidad de disolvente polar usado en la extracción con disolvente polar aguas arriba. Esto es especialmente útil cuando el proceso se realiza en un funcionamiento continuo. La relación de disolvente polar a

- aceite de pescado es de 5:95 a 25:75. El uso de un exceso de disolvente polar evidentemente requiere volúmenes más grandes de disolvente y, por tanto, el uso de la relación de 5:95 a 25:75 es especialmente ventajoso en un proceso industrial puesto que se puede emplear un equipo a escala más pequeña, por ejemplo, centrifugas. Los volúmenes reducidos del proceso y el equipo de menor escala permiten un procesamiento más rápido del aceite de pescado puesto que se tiene que separar menos disolvente polar del aceite de pescado. Además, mediante una cuidadosa elección de la relación de disolvente polar al aceite de pescado es posible minimizar la cantidad de lípidos de pescado atrapados en las micelas de fosfolípidos y de ese modo incrementar la pureza de los fosfolípidos en la fracción polar.
- En ciertas realizaciones de la invención, la etapa de separación de la mezcla de la fracción polar, el disolvente polar y el aceite de pescado en una fracción polar concentrada y una fracción de lípidos después de la segunda extracción con el disolvente polar es una centrifugación. La fracción polar concentrada también se puede analizar para la presencia de un exceso de disolvente polar como se ha descrito anteriormente. En general, se aplican las mismas consideraciones que para la primera extracción con el disolvente polar. Sin embargo, en esta segunda extracción de aceite de pescado, por ejemplo, el aceite de pescado que no ha sido tratado de acuerdo con la invención o el aceite de pescado que ha sido extraído a partir de material de pescado con un disolvente de extracción según la invención, se añade, por ejemplo, de forma simultánea, con el disolvente polar a la fracción polar. La relación de disolvente polar a la fracción polar y el aceite de pescado es de hasta el 5 % de disolvente polar, por ejemplo de aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 4 %, preferentemente de aproximadamente el 2 %; del 25 % al 75 %, por ejemplo de aproximadamente el 40 % a aproximadamente el 60 %, preferentemente de aproximadamente el 50 % de aceite de pescado y el resto de fracción polar. Esta segunda extracción permite que se pueda obtener una mayor concentración de fosfolípidos en la fracción polar concentrada en comparación con la fracción polar de la primera extracción con disolvente polar. En particular, la fracción polar de la primera extracción con disolvente polar estará enriquecida en fosfolípidos y la mayor concentración de fosfolípidos es ventajosa a la hora de secuestrar otros fosfolípidos del aceite de pescado adicional sin tratar añadido en la segunda extracción con disolvente polar. Por lo tanto, la segunda extracción con disolvente polar proporcionará un efecto de concentración sinérgico sobre los fosfolípidos y también los AGPI en el aceite de pescado combinado tratado y sin tratar para proporcionar una concentración de fosfolípidos incluso superior y también de los AGPI en los productos obtenidos después de la eliminación del disolvente polar. Por ejemplo, la extracción acuosa de un aceite de pescado proporcionado a partir de un material de pescado extraído con etanol puede dar un producto de fosfolípidos a partir de la fracción polar con un contenido de fosfolípidos del 15 % y un contenido de EPA + DHA de aproximadamente el 25-30 %. La segunda extracción acuosa puede producir un producto de fosfolípidos a partir de la fracción polar concentrada con un contenido en fosfolípidos del 40 % y un incremento correspondiente en el contenido de EPA + DHA.
- Varias etapas de los procesos de la invención pueden comprender una centrifugación. En el contexto de la invención, el término "centrifugación" y formas derivadas incluyen cualquier tipo de centrifugación, en particular, el uso de centrifugas adecuadas para una escala de operación industrial, por ejemplo, centrifugas de disco, centrifugas decantadoras, centrifugas de taza sólida, etc.
- La transferencia de los fosfolípidos y también de los AGPI a partir del aceite de pescado al disolvente polar puede tener lugar instantáneamente cuando el disolvente polar se mezcla con el aceite de pescado, o la etapa de mezcla puede tener cualquier duración que se desee.
- En ciertas realizaciones, puede ser necesario mezclar físicamente el disolvente polar con el aceite de pescado. Por ejemplo, la mezcla se puede realizar en un recipiente equipado con una paleta de agitación, un impulsor, una turbina Rushton, una hélice o similar, o el recipiente de mezcla puede estar equipado de otro modo para agitar la mezcla de aceite de pescado con el disolvente polar. En particular, cuando la mezcla de aceite de pescado con el disolvente polar se mezcla físicamente, esto generalmente implica someter la mezcla a tensión de cizallamiento.
- La mezcla puede tener lugar a cualquier temperatura a la que el disolvente polar es líquido, por ejemplo, la temperatura se puede reducir por debajo de temperatura ambiente, la mezcla puede tener lugar a temperatura ambiente o la temperatura se puede incrementar durante la mezcla. Generalmente una alta temperatura permite que los fosfolípidos se extraigan a una velocidad más alta que cuando la extracción se realiza a una temperatura más baja. Así la temperatura se puede incrementar a cualquier valor por debajo del punto de ebullición del disolvente polar. En otras realizaciones, la mezcla puede tener lugar a temperatura ambiente o menor temperatura. En otras realizaciones, la temperatura se puede incrementar o disminuir respecto a la temperatura inicial de mezcla, de manera que se modifica la temperatura durante la mezcla.
- Después de la extracción de los fosfolípidos y también de los AGPI a partir del aceite de pescado en la etapa de mezcla, la mezcla del aceite de pescado con el disolvente polar se centrifuga para separar las dos fases, es decir, la fracción polar que comprende los fosfolípidos de la fracción de lípidos que comprende otros lípidos del aceite de pescado. La separación centrífuga se puede realizar a una mayor temperatura. Se puede emplear cualquier centrífuga industrial, por ejemplo, una centrífuga de discos, una centrífuga decantadora, una centrifugadora de taza sólida. La separación de las dos fases se puede realizar ventajosamente en una centrífuga de discos. La separación centrífuga proporcionará una fracción polar con fosfolípidos y también un producto de aceite de pescado empobrecido en fosfolípidos. En realizaciones adicionales de los procesos, la fracción polar se somete a una

segunda separación centrífuga, por ejemplo, en una centrífuga de discos, para concentrar los fosfolípidos y también AGPI adicionales.

5 La fracción, o fase, de disolvente polar procedente de la separación centrífuga comprende los fosfolípidos y también los AGPI, y en el proceso de la invención, los fosfolípidos se aíslan a partir de la fracción de disolvente polar. El aislamiento puede comprender cualquier método apropiado, tal como evaporación del disolvente polar, destilación, por ejemplo, destilación al vacío, del disolvente polar, o los fosfolípidos y/o los AGPI se pueden aislar por adsorción, por ejemplo, usando una membrana cromatográfica o matriz o un material de adsorción tal como tierra de diatomeas, o los fosfolípidos se pueden aislar usando nano o ultrafiltración. En el contexto de la invención
10 "destilación al vacío" se refiere en general a una operación unitaria en la que se aplica calor a la fracción polar con la reducción simultánea de la presión por encima de la fracción polar con el fin de expulsar el disolvente polar de la cara polar con los fosfolípidos. El término también se puede usar en el contexto de la eliminación de un disolvente de extracción. Además, el calor aplicado se puede moderar, por ejemplo, a un máximo de aproximadamente 40 °C para evitar la modificación térmica de los fosfolípidos. Los fosfolípidos se pueden secar aún más, por ejemplo,
15 sometiendo los fosfolípidos a un tratamiento térmico adicional, opcionalmente a una menor presión. La eliminación del disolvente polar y el secado de los fosfolípidos se pueden realizar en la misma operación.

En una realización específica del proceso de la invención, el aceite de pescado se proporciona extrayendo lípidos y fosfolípidos, es decir, "aceite de pescado", a partir de un material de pescado como se ha descrito anteriormente.
20 Los materiales de pescado adecuados son harina de pescado, opcionalmente en forma de gránulos, torta prensada, por ejemplo, procedente de la producción de harina de pescado, pescado sin procesar, pescado entero, partes específicas de peces, como la piel, espinas, carne, órganos, por ejemplo, hígado de pescado, o desechos de pescado, etc.; en particular, el "material de pescado" puede ser un material derivado de pescado en cualquier etapa de la producción de harina de pescado o el material de pescado puede derivar de pescado en cualquier etapa de la
25 producción de pescado para consumo humano. El material de pescado se extrae con un disolvente de extracción. Para su uso en la invención se contempla cualquier disolvente capaz de extraer los lípidos, incluyendo fosfolípidos. El disolvente de extracción puede ser polar o apolar. Los disolventes apolares relevantes comprenden disolventes hidrocarbonados. El disolvente de extracción también puede ser dióxido de carbono supercrítico. En algunas realizaciones, como disolvente de extracción se prefieren disolventes apolares, tales como hexano, por ejemplo, isohexano. Otras realizaciones emplean etanol o mezclas de etanol-agua como disolvente de extracción.
30

La extracción generalmente implica poner en contacto un material de pescado con el disolvente de extracción. En una realización específica el material de pescado es una harina de pescado, por ejemplo en forma de gránulos, aunque la harina de pescado también se puede extraer sin granulación previa. En otra realización, el material de
35 pescado es una torta prensada procedente de la producción de harina de pescado, y en otra realización más, con el disolvente de extracción se extrae el pescado entero o partes del pescado. El material de pescado, por ejemplo, harina de pescado o gránulos de harina de pescado, se mezcla con el disolvente de extracción, y la extracción con el disolvente de extracción se puede llevar a cabo con la aplicación de esfuerzo de cizalla a la mezcla del material de pescado y el disolvente de extracción, por ejemplo usando una paleta de agitación, un impulsor, una turbina Rushton, una hélice o similar. La duración de la etapa de extracción se puede seleccionar libremente, por ejemplo, la extracción puede tener lugar instantáneamente, o la extracción puede tener una duración de hasta por ejemplo 24 horas. La extracción se puede realizar ventajosamente como un proceso continuo.

La extracción con el disolvente de extracción se puede realizar a temperatura ambiente o inferior, o la temperatura se puede incrementar durante la extracción, por ejemplo, a cualquier temperatura hasta el punto de ebullición del disolvente de extracción. En general, un incremento de la temperatura dará lugar a una extracción más rápida de los fosfolípidos y también de los AGPI y los lípidos del material de pescado. Se puede emplear temperatura ambiente o inferior cuando interesa garantizar que los fosfolípidos y también los AGPI no se modifiquen por la exposición a alta temperatura.
50

Después de la extracción con el disolvente de extracción puede ser deseable eliminar el material de pescado extraído del extracto. El material de pescado extraído generalmente comprenderá material en partículas de un tamaño relativamente grande, por ejemplo de tamaño sub-milimétrico hasta tamaño de gránulos, si es aplicable. Se puede aplicar cualquier operación unitaria sólido-líquido capaz de separar dichas partículas del disolvente de extracción para eliminar el material de pescado extraído del extracto. Por ejemplo, el material de pescado extraído se puede eliminar del extracto usando tamizado, filtración o centrifugación.
55

El disolvente de extracción se elimina del extracto después de la extracción. Para eliminar el disolvente de extracción se puede usar cualquier método apropiado, tal como destilación, por ejemplo, destilación al vacío, o evaporación. El disolvente de extracción eliminado del extracto se puede reciclar en el proceso para añadir a y poner en contacto con una porción adicional del material de pescado o gránulos de material de pescado. Esto permite un procesamiento eficiente y continuo del material de pescado para aislar fosfolípidos.
60

El aceite de pescado resultante de la eliminación del disolvente de extracción se puede someter a una separación sólido-líquido antes del procesamiento para aislar fosfolípidos como se ha descrito anteriormente. Se puede emplear cualquier operación unitaria sólido-líquido, aunque se prefiere la filtración.
65

Las realizaciones del proceso de la invención descrita anteriormente se pueden realizar ventajosamente en funcionamiento continuo. Una ventaja de un funcionamiento continuo es la higiene, ya que todas las etapas del proceso se pueden llevar a cabo en sistemas cerrados para evitar la contaminación del aire o de los operadores. Además, se mejora la estabilidad del producto, por ejemplo, de los fosfolípidos y también de los AGPI, ya que en un proceso continuo el almacenamiento en tanques y similares se reduce al mínimo. El funcionamiento continuo es particularmente ventajoso, ya que permite el procesamiento eficiente de grandes cantidades de material, por ejemplo del orden de cientos de toneladas. El procesamiento eficiente de tales cantidades de material es particularmente relevante para el aislamiento de un producto a partir de un material de partida en el que el producto está presente en bajas cantidades, tal como el aislamiento de fosfolípidos a partir de material de pescado. Además, cuando las etapas del proceso permiten el funcionamiento continuo es posible la integración sencilla de las etapas del proceso en un tren de proceso a escala industrial.

Por lo tanto, en una realización de la invención, el proceso es un proceso continuo integrado para producir el producto de fosfolípidos. El término "integrado" ha de entenderse en términos generales, pero sobre todo se refiere a una situación en la que una corriente de proceso, tal como una corriente de desechos, por ejemplo, una corriente de disolvente, por ejemplo, disolvente de extracción o disolvente polar, extraída de una etapa de proceso se recicla a una etapa del proceso anterior, o aguas arriba. Por ejemplo, en este proceso el material de pescado se extrae con un disolvente de extracción como se ha descrito anteriormente, antes de la eliminación del disolvente de extracción del mismo modo que se ha descrito anteriormente. El disolvente de extracción extraído se puede reciclar en el proceso, aunque también se puede añadir más disolvente de extracción para mantener el balance de masas del disolvente de extracción en el proceso. En realizaciones específicas en el proceso se incluyen operaciones unitarias de separación sólido-líquido después de la extracción y después de la eliminación del disolvente de extracción. El aceite de pescado a continuación se trata para aislar los fosfolípidos como se ha descrito anteriormente. Por lo tanto, el aceite de pescado se mezcla con el disolvente polar en un recipiente apropiado para el procesamiento continuo antes de conducir la corriente del proceso a una centrifuga igualmente adecuada para un funcionamiento continuo. La corriente de disolvente que contiene fosfolípidos polares a continuación se conduce para la eliminación del disolvente polar, opcionalmente, en combinación con una etapa de secado, por ejemplo mediante el tratamiento a temperatura elevada y la disminución de la presión. Esta operación también se puede realizar de forma continua, y el disolvente polar se puede reciclar y se añade a aceite de pescado proporcionado a partir de la etapa de extracción previa. En ciertas realizaciones, las etapas de mezcla y extracción se realizan a temperaturas elevadas. Sin embargo, en una realización específica, por ejemplo, cuando el material de pescado es pescado que no se ha sometido a tratamiento térmico, todas las etapas del proceso se llevan a cabo sin someter el material de pescado a temperaturas excesivas, por ejemplo, temperaturas por encima de 40 °C, en cualquier etapa del proceso. Un proceso integrado además puede comprender el análisis de la fracción polar y/o de la fracción polar concentrada opcional para la presencia de un exceso de disolvente polar y el control de la cantidad de disolvente polar añadido al aceite de pescado o la mezcla de la fracción polar y el aceite de pescado en base al resultado del análisis. Por lo tanto, el análisis puede proporcionar información a un circuito de retroalimentación que permite el ajuste de la(s) cantidad(es) de disolvente polar añadido en las respectivas extracciones con disolvente polar a la relación óptima de disolvente polar a aceite de pescado o la mezcla de la fracción polar y el aceite de pescado.

Dentro del conocimiento del experto en la materia se encuentra el diseño del proceso integrado para el funcionamiento continuo con el fin de aislar los fosfolípidos a partir de material de pescado al considerar la cantidad de material de pescado a procesar y la cantidad de los fosfolípidos contenidos en el material de pescado. Por ejemplo, el experto en la materia puede seleccionar recipientes reactores, y su tamaño y capacidad necesarios, adecuados para un funcionamiento continuo y calcular los tiempos de residencia necesarios en los reactores y las caudales de materiales correspondientes en los reactores. Todas las etapas para las que es relevante un incremento de la temperatura como se ha descrito anteriormente, preferentemente se llevan a cabo a temperatura elevada. Ventajosamente esto reducirá al mínimo el riesgo de contaminación microbiana, y además dará lugar a un proceso general más rápido.

Breve descripción de las figuras

A continuación, la invención se explicará con mayor detalle con la ayuda de ejemplos de formas de realización y con referencia a los dibujos esquemáticos, en los cuales

La Fig. 1 muestra un diagrama de proceso de una realización de la invención;

La Fig. 2 muestra un diagrama de proceso de una realización de la invención;

La Fig. 3 muestra un diagrama de proceso de una realización de la invención.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para producir un producto de fosfolípidos a partir de un aceite de pescado que comprende las etapas de:

– proporcionar un aceite de pescado que contiene lípidos y fosfolípidos;

- en una primera etapa de extracción con disolvente polar, mezclar el aceite de pescado con un disolvente polar, en el que la relación de disolvente polar a aceite de pescado es de 5:95 a 25:75;
- centrifugar la mezcla de aceite de pescado y el disolvente polar para separar una fracción polar de una fracción de lípidos;
- 5 – en una segunda etapa de extracción con disolvente polar, mezclar la fracción polar con el disolvente polar y el aceite de pescado, que no ha sido tratado en la primera etapa de extracción con disolvente polar para proporcionar una mezcla que comprende hasta el 5 % de disolvente polar; del 25 % al 75 % de aceite de pescado y el resto de fracción polar;
- 10 – separar la mezcla de la fracción polar, el disolvente polar y el aceite de pescado en una fracción polar concentrada y una fracción de lípidos; y
- aislar un fosfolípido de la fracción polar concentrada.

El proceso también puede proporcionar una fracción enriquecida en ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga (AGPI). En el contexto de la presente invención, un AGPI es un ácido graso que contiene más de 18 átomos de carbono y dos o más enlaces insaturados, por ejemplo, EPA y DHA.

Un diagrama de proceso de la invención se ilustra en la Fig. 1. La Fig. 1 muestra el proceso, y además, la Fig. 1 ilustra cómo se puede usar el resultado del análisis para el disolvente polar en exceso para controlar la(s) extracción(es) con disolvente polar aguas arriba.

El aceite de pescado se puede proporcionar:

- extrayendo un material de pescado con un disolvente de extracción;
- eliminando el disolvente de extracción para proporcionar el aceite de pescado;
- 25 – opcionalmente sometiendo el aceite de pescado a una separación sólido-líquido.

Las realizaciones específicas de los procesos se ilustran en la Fig. 2 y la Fig. 3. Los procesos en la Fig. 2 y la Fig. 3 ambos pueden proporcionar un producto de fosfolípidos y también un producto de AGPI, y ambos pueden estar integrados para realizarse como procesos continuos integrados en los que, por ejemplo, se reciclan corrientes de disolvente para su uso en etapas de extracción aguas arriba. Además, ambos procesos pueden comprender etapas de análisis, como se ha descrito anteriormente, para proporcionar información para su uso en relación con la adición de disolvente polar en las respectivas extracciones.

El aceite de pescado se mezcla con un disolvente polar. El "disolvente polar" es inmiscible con el aceite de pescado, pero la polaridad del disolvente permite que los fosfolípidos y también los AGPI se extraigan del aceite de pescado debido a la formación de micelas de fosfolípidos en el disolvente polar. Se contempla cualquier disolvente con esta capacidad para su uso en el proceso de la invención. En particular, los disolventes polares normalmente tienen una alta constante dieléctrica, tal como por encima de 15. Un disolvente polar preferido es el agua, por ejemplo agua desionizada. La relación de disolvente polar al aceite de pescado es de 5:95 a 25:75. La cantidad de disolvente polar a aceite de pescado normalmente depende de la naturaleza exacta del disolvente polar. Por ejemplo, cuando como disolvente polar se selecciona el agua, la relación de agua a aceite de pescado puede ser de 10:90 aproximadamente a 20:80 aproximadamente. La cantidad óptima de disolvente polar se puede determinar por análisis de la fracción polar y el resultado del análisis se puede usar para ajustar la cantidad de disolvente polar a mezclar con el aceite de pescado. En particular, cuando el proceso se realiza continuamente el resultado del análisis se puede emplear en un circuito de retroalimentación para optimizar el proceso mientras se ejecuta. Las realizaciones específicas de la invención comprenden por tanto la etapa de análisis de la fracción polar, u opcionalmente la fracción polar concentrada, para la presencia de un exceso de disolvente polar. El resultado del análisis se puede usar para ajustar, en particular durante el funcionamiento continuo, la cantidad de disolvente polar mezclado con el aceite de pescado. Así, por ejemplo, cuando se usa un disolvente polar relativamente denso, tal como agua, la cantidad de disolvente polar a mezclar con el aceite de pescado o la mezcla de la fracción polar y el aceite de pescado se puede determinar sometiendo una muestra de la fracción polar a centrifugación a escala de laboratorio y analizando el tubo de ensayo para la presencia de disolvente polar libre en el fondo del tubo. La presencia de disolvente polar libre indicará que durante la etapa de mezcla del aceite de pescado con agua había presente una cantidad en exceso de disolvente polar. La cantidad de disolvente polar a añadir en el proceso continuo se puede ajustar al exceso mínimo requerido que es óptimo para la separación.

La fracción polar concentrada de la segunda extracción con disolvente polar también se puede analizar para el exceso de disolvente polar como se ha explicado anteriormente. La duración de la etapa de mezcla debería ser suficiente para proporcionar una fracción polar, por ejemplo, una fracción acuosa, enriquecida en fosfolípidos y también AGPI y una fracción de lípidos empobrecida en fosfolípidos. La mezcla puede tener lugar durante cualquier periodo de tiempo predeterminado y la mezcla no está limitada con respecto a la temperatura. Sin embargo, la duración de la mezcla debe ser suficiente para separar los fosfolípidos del aceite de pescado.

La temperatura de la mezcla se puede seleccionar para optimizar la extracción de fosfolípidos y también de los AGPI, y en ciertas realizaciones en general se incrementa desde temperatura ambiente a una temperatura por debajo del punto de ebullición del disolvente polar. Por ejemplo, cuando el disolvente polar es agua, la temperatura

puede ser de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 95 °C o superior, tal como aproximadamente 60 °C, aproximadamente 70 °C, aproximadamente 80 °C o aproximadamente 90 °C. Un incremento de la temperatura puede proporcionar una extracción más rápida de los fosfolípidos y también de los AGPI del aceite de pescado. En otra realización, la temperatura de mezcla se mantiene en un intervalo desde por debajo de temperatura ambiente, por ejemplo aproximadamente 5 °C, a un incremento moderado, por ejemplo, a aproximadamente 40 °C, tal como aproximadamente 10 °C, aproximadamente 20 °C o aproximadamente 30 °C. Ciertas especies de fosfolípidos y especialmente los AGPI, se pueden modificar a altas temperaturas, y en este intervalo de temperaturas se puede garantizar que no se modifiquen los fosfolípidos y ácidos grasos poliinsaturados, por ejemplo, que se dañen por la alta temperatura. En particular, puede ser de interés mantener la temperatura lo más baja posible. En algunas formas de realización todas las etapas del proceso se llevan a cabo a una temperatura baja, y en algunas otras etapas se pueden llevar a cabo a baja temperatura, mientras que otras se realizan a temperatura elevada. En general, la exposición breve de un material de pescado o una mezcla o un extracto, etc., en una etapa del proceso de la invención a alta temperatura no será perjudicial para los fosfolípidos. En particular, una corriente de proceso o el producto de fosfolípidos se pueden someter a pasteurización, sin modificar los fosfolípidos. Por lo tanto, cualquier etapa del proceso de la invención también puede comprender una etapa de pasteurización. La pasteurización es muy conocida por la persona experta.

El tiempo de mezcla normalmente será de hasta aproximadamente 1 hora, tal como por ejemplo aproximadamente 10 minutos, aproximadamente 20 minutos, aproximadamente 30 minutos, aproximadamente 40 minutos, aproximadamente 50 minutos o aproximadamente 60 minutos. En una forma de realización específica se usa agua como disolvente polar, que se mezcla con el aceite de pescado en una relación de 15:85 durante aproximadamente 20 minutos a aproximadamente 80 °C, preferentemente en un proceso continuo. Esta relación de agua a aceite de pescado también se puede usar en realizaciones que usan otras temperaturas de mezcla. Del mismo modo, esta relación también es relevante para otros disolventes polares.

La mezcla, es decir, el sistema de dos fases, con la fracción polar y la fracción de lípidos se centrifuga para separar la fracción polar de la fracción de lípidos, opcionalmente a una temperatura superior, por ejemplo a una temperatura de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 75 °C, por ejemplo, a aproximadamente 70 °C. En particular, se puede usar una temperatura superior cuando la etapa de mezcla anterior se lleva a cabo a una mayor temperatura, y aún más cuando se pretende la eliminación posterior del disolvente polar por destilación al vacío, se prefiere la centrifugación a una mayor temperatura. Asimismo, cuando la temperatura de mezcla se mantiene baja, como se ha definido anteriormente, para asegurar que los fosfolípidos no se modifiquen debido al calor, puede ser interesante mantener la temperatura en este intervalo en la etapa de centrifugación. En general, el disolvente polar puede estar presente en forma de gotas o gotitas en el aceite de pescado. Además, los fosfolípidos en forma micelar en el disolvente polar pueden funcionar como agentes tensioactivos para crear una "emulsión de aceite en disolvente polar", por ejemplo, una emulsión de aceite en agua. Se puede emplear cualquier operación de centrifugación capaz de separar dos fases líquidas, por ejemplo en forma de gotas o gotitas de una fase en la otra, pero se prefiere el uso de una centrifuga de discos. Una realización particularmente preferida usa dos centrifugas de pila de discos consecutivas para centrifugar la mezcla del aceite de pescado y el disolvente polar, u, opcionalmente, la mezcla de la fracción polar, el disolvente polar y el aceite de pescado. En esta realización, la primera centrifuga sirve para separar el agua y los fosfolípidos, es decir, la fracción polar o fracción polar concentrada, de la fracción de lípidos. La subsiguiente centrifuga de discos, por ejemplo, conectada en serie, concentra los fosfolípidos en la fracción polar o fracción polar concentrada aguas arriba de la centrifuga de discos. En una configuración específica la primera centrifuga tiene una distancia entre discos de 0,6 mm, y la segunda centrifuga tiene una distancia entre discos de 0,8 mm.

El disolvente polar se elimina posteriormente de la mezcla de la fracción polar, por ejemplo, mediante destilación al vacío. Por ejemplo, cuando el disolvente polar es agua, se puede eliminar incrementando la temperatura para que se encuentre en el intervalo de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 85 °C, por ejemplo aproximadamente 80 °C o aproximadamente 85 °C al tiempo que reduce la presión de manera que el agua hierva, por ejemplo, mientras se reduce la presión a aproximadamente -0,7 bar (-70 kPa) a aproximadamente -0,9 bar (-90 kPa). Así se puede eliminar el agua de la fracción de fosfolípidos, que se seca adicionalmente, en aproximadamente 1 hora a aproximadamente 3 horas. También es posible emplear una combinación diferente de temperatura y presión, pero cuando el proceso emplea temperaturas superiores, la temperatura y la presión normalmente se seleccionan de tal manera que el agua se encuentra en ebullición. Del mismo modo, en realizaciones en las que se evitan temperaturas excesivas para evitar la modificación de los fosfolípidos, puede ser deseable mantener una temperatura moderada al eliminar el disolvente polar. Estas consideraciones también se aplican cuando se emplean otros disolventes polares. La temperatura también se puede incrementar usando vapor indirecto cuando sea pertinente.

En otra realización del proceso de la invención, el material de pescado se extrae con un disolvente de extracción para proporcionar el aceite de pescado para el aislamiento de los fosfolípidos. En una realización preferida, el material de pescado es harina de pescado, que se puede granular antes de la extracción, por ejemplo a una temperatura de aproximadamente 50 °C, por ejemplo con adición de vapor para optimizar la granulación. En otra realización más, el material de pescado es una torta prensada procedente de la producción de harina de pescado. En términos muy generales, la "torta prensada" se refiere al material obtenido después de calentar inicialmente el

5 pescado o el material de pescado para coagular las proteínas, romper los depósitos de grasa y liberar el aceite y el agua unidos físico-químicamente, seguido del prensado (u opcionalmente centrifugación) para eliminar, al menos parcialmente, líquidos de la masa. La torta prensada se puede extraer directamente o la torta prensada se puede someter a disrupción o trituración o similar antes de la extracción. Cuando la torta prensada se trata de acuerdo con el proceso de la invención, el aceite de pescado extraído con el disolvente de extracción comprende un mayor contenido de fosfolípidos ya que los aceites neutros se han eliminado durante el prensado. Esto permite, además, el empleo de cantidades más pequeñas, por ejemplo en relación con la cantidad de material de pescado, de disolvente de extracción. Por lo tanto, la torta prensada es un material de pescado preferido en la presente invención. En una realización adicional, con el disolvente de extracción se extrae pescado entero o partes de pescado, específicamente se puede extraer el pescado entero o partes de pescado sin ningún tratamiento térmico previo. Cuando el material de pescado no se ha sometido a tratamiento térmico previo, se puede extraer directamente el pescado entero, o el pescado entero se puede someter a trituración o disrupción antes de la extracción. La extracción puede tener lugar en cualquier recipiente adecuado. En particular, el recipiente de extracción puede estar provisto de un dispositivo para aplicar tensión de cizalla a la mezcla del material de pescado y el disolvente de extracción, por ejemplo, el recipiente o extractor pueden estar equipados con palas agitadoras o similares.

20 En el contexto de la presente invención, el término "disolvente de extracción" se refiere a cualquier disolvente que pueda extraer una fracción de lípidos, por ejemplo, aceite de pescado o fosfolípidos y también AGPI, a partir de un material de pescado. Los disolventes de extracción típicos comprenden disolventes apolares, tales como alcanos, por ejemplo, pentano, hexano, heptano, octano, etc., e hidrocarburos aromáticos, por ejemplo benceno, tolueno, y similares. Un disolvente apolar también se puede denominar "disolvente no polar". Como disolventes de extracción también se pueden emplear disolventes hidrocarbonados que comprenden heteroátomos, siempre y cuando el disolvente hidrocarbonado pueda extraer una fracción de lípidos que comprende fosfolípidos de un material de pescado. El disolvente de extracción preferentemente es líquido a temperatura y presión ambiente. Un disolvente de extracción preferido es el hexano, en particular el isohexano. Se observa que en el contexto de la presente invención también se contempla el uso de dióxido de carbono supercrítico como disolvente de extracción. Otros disolventes de extracción relevantes son alcoholes, tales como metanol, etanol, por ejemplo etanol al 96 % en agua, propanol, isopropanol o butanol, opcionalmente mezclado con agua, cetonas, tales como acetona, éteres o ésteres, etc. También es posible emplear mezclas de dos o más disolventes de extracción. En una realización específica el disolvente de extracción es etanol o una mezcla de etanol y agua, por ejemplo, con una concentración de etanol en agua del 10 % hasta el 30 %, o con una concentración de etanol en agua por encima del 70 %, por ejemplo la concentración de etanol puede ser de aproximadamente el 80 % o aproximadamente el 85 %. En una realización preferida, el disolvente de extracción es etanol al 96 %. Cuando se emplea etanol al 96 % para extraer la torta prensada, la relación de etanol a la torta prensada normalmente es de 1:2 aproximadamente a 1:5 aproximadamente, preferentemente de 1:3 aproximadamente. El tiempo de extracción puede ser de aproximadamente 2 horas, a una temperatura de 65 °C aproximadamente.

40 La extracción se puede realizar a temperatura ambiente o inferior, o se puede llevar a cabo a una mayor temperatura. Por ejemplo, en una realización, la extracción se puede realizar a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 70 °C, tal como aproximadamente 40 °C, aproximadamente 50 °C, aproximadamente 60 °C, o aproximadamente 70 °C. En otra realización, la extracción con el disolvente de extracción se realiza a una baja temperatura de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 40 °C, por ejemplo aproximadamente 10 °C, aproximadamente 20 °C o aproximadamente 30 °C. Cuando la extracción se realiza a baja temperatura otras etapas del proceso también se pueden realizar a baja temperatura. La extracción a temperatura elevada puede incrementar la eficacia de la extracción, y, en particular, se puede controlar la temperatura para incrementar la eficacia de la extracción de los fosfolípidos, que se pueden extraer de forma selectiva, por ejemplo, extracción de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 60 °C cuando el disolvente de extracción es isohexano proporcionará una extracción óptima de fosfolípidos usando este disolvente. La temperatura de extracción preferentemente es inferior al punto de ebullición del disolvente de extracción. En general también se aplican las mismas consideraciones para el empleo de una baja temperatura en la etapa de mezcla del aceite de pescado con el disolvente polar para la extracción con el disolvente de extracción y todas las etapas posteriores.

55 La duración de la extracción no está limitada y se puede seleccionar para proporcionar la extracción suficiente de lípidos, especialmente fosfolípidos, a partir del material de pescado. Por ejemplo, la duración puede ser de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 10 horas o superior, por ejemplo aproximadamente 1 hora, aproximadamente 2 horas, aproximadamente 3 horas, aproximadamente 4 horas, aproximadamente 5 horas, aproximadamente 6 horas, aproximadamente 7 horas, aproximadamente 8 horas, aproximadamente 9 horas o aproximadamente 10 horas. La extracción con isohexano se puede realizar con una duración de por ejemplo aproximadamente 2 horas.

60 La extracción del material de pescado con el disolvente de extracción dará lugar a una fracción líquida que comprende los lípidos, incluyendo también los lípidos polares, tales como fosfolípidos y también los AGPI, a partir del material de pescado. La fase líquida que comprende los lípidos y el disolvente de extracción se puede denominar "extracto". Este extracto se puede someter a una separación sólido-líquido para eliminar los residuos sólidos, por ejemplo, el material de pescado extraído, de la fase líquida con los fosfolípidos. Esta fase líquida también se puede

65

denominar "aceite crudo". Se puede emplear cualquier operación de separación sólido-líquido adecuada, por ejemplo, tamizado, filtración, centrifugación.

5 El disolvente de extracción se puede eliminar del aceite crudo o del extracto usando cualquier método apropiado. En particular, el disolvente de extracción se puede eliminar del aceite crudo o del extracto incrementando la temperatura y disminuyendo la presión (que en el contexto de la invención se denomina "destilación al vacío"). Por ejemplo, se puede eliminar isohexano incrementando la temperatura de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 90 °C, por ejemplo aproximadamente 85 °C a presión reducida (por ejemplo, en "vacío") de aproximadamente 5 mbar (500 Pa) a aproximadamente 50 mbar (5000 Pa). En estas condiciones el isohexano se puede eliminar en aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 20 minutos. La eliminación del disolvente de extracción a partir del extracto o del aceite crudo proporcionará un aceite de pescado que comprende lípidos tanto polares como no polares a partir del material de pescado. El aceite de pescado preferentemente se encuentra libre de disolvente de extracción, por ejemplo, el aceite de pescado contiene menos de 10 ppm de disolvente de extracción, tal como menos de 5 ppm o menos de 2 ppm de disolvente de extracción. El disolvente de extracción preferentemente se recicla en el proceso añadiéndolo al material de pescado a procesar de acuerdo con la invención.

20 El aceite de pescado se puede someter a una separación sólido-líquido, tal como filtración para eliminar la proteína residual y otras impurezas. Por ejemplo, el aceite de pescado se puede someter a una primera filtración para eliminar material en bruto seguido de una etapa de filtración más fina para eliminar los finos.

En una realización de la invención, la transformación del material de pescado en aceite de pescado producirá fosfolípidos con un menor contenido de contaminantes no deseados. Por ejemplo, los fosfolípidos cumplirán con las normas de la Unión Europea en relación con las concentraciones de contaminantes.

25 En una realización específica, un proceso integrado está configurado como proceso continuo, en el que se extraen aproximadamente 10 toneladas/hora de material de pescado con aproximadamente 15 toneladas/hora de isohexano como se ha explicado anteriormente. La eliminación del isohexano produce aproximadamente 1,5 toneladas/hora de aceite de pescado a partir de las cuales se aíslan los fosfolípidos de acuerdo con la invención. Por lo tanto, el proceso evidentemente es escalable a gran escala industrial.

30 La invención se explicará ahora en los siguientes ejemplos no limitantes. Como será evidente para el experto son posibles variaciones sin desviarse de la invención.

35 Ejemplo comparativo 1

Se preparó un lote de aceite de pescado a partir de espadín de acuerdo con una técnica anterior. La composición del aceite de pescado preparada de esta manera se resume en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición de ácidos grasos de aceite de pescado preparado de acuerdo con la técnica anterior.

Ácido graso	Espadín danés
	%
C14:0	6,4
C15:0	0,8
C16:0	18,9
C16:1	5,7
C18:0	3,1
C18:1	18,5
C18:2	2,2
C18:3	1,7
C18:4n3	<0,01
C20:1	6,8
C20:4n6	0,5
C20:5n3 (EPA)	8,9
C22:1	6,9
C22:5n3 (DPA)	0,9
C22:6n3 (DHA)	13,2

40 Ejemplo comparativo 2

45 Se preparó un lote de 500 toneladas de harina de pescado en una planta continua. La harina de pescado cruda se extrajo con isohexano como disolvente de extracción después de la granulación inicial. Después de la evaporación del isohexano el aceite de pescado se extrajo con agua como disolvente polar antes de la centrifugación en una centrífuga de discos. El isohexano extraído del aceite de pescado se recicló en el proceso. Los fosfolípidos se aislaron finalmente a partir de la fracción polar secando para eliminar el agua. Los valores de los parámetros empleados en el proceso se resumen en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2. Parámetros del proceso para la preparación de fosfolípidos

Operación unitaria	Condiciones de reacción	Producto
Granulación	50 °C	
Extracción con isohexano	2 horas 52 °C	
Tamizado para eliminar la materia seca		
Eliminación de isohexano (evaporación)	1000 Pa 85 °C	60 toneladas de aceite de pescado con fosfolípidos
Filtrado y pulido		
Mezcla con agua a una relación de agua:aceite de pescado de 15:85	50 °C	
Extracción con agitación	20 minutos a 60 °C	
Centrifugación en una centrífuga de discos		Fracción polar con fosfolípidos; fracción de lípidos de aceite de pescado empobrecido en fosfolípido
Aislamiento de fosfolípidos (eliminación de agua hasta el 1 % de humedad)	2 horas 500 Pa 85 °C	10 toneladas de productos que contienen el 40 % de fosfolípidos y el 60 % aceite de pescado con el 26 % de EPA + DHA

La materia seca que se produce después de las etapas de separación sólido-líquido representaba los productos proteicos, y la fracción de lípidos procedente de la centrifugación representaba un producto de aceite de pescado empobrecido en fosfolípido. La fracción polar con fosfolípidos y el producto obtenido a partir de esta fracción después de la eliminación de agua representaba diferentes productos de fosfolípidos. La composición del aceite de pescado proporcionada por la extracción se compara con la composición del producto final en la Tabla 3 y la Tabla 4 a continuación.

Tabla 3. Composición de ácidos grasos del aceite de pescado

Ácido graso	Aceite de pescado extraído	Producto final
	%	%
C14:0	5,5	4,2
C15:0	0,5	0,5
C16:0	16,8	18,8
C16:1	10,2	6,6
C18:0	3,1	4,9
C18:1	9,7	10,9
C18:2n6	2,1	2,0
C18:3n6	0,5	0,2
C18:3n3	1,1	0,9
C18:4n3	2,9	1,8
C20:1	3,4	1,5
C20:4n6	0,7	1,0
C20:5n3 (EPA)	12,3	13,5
C22:1	0,2	1,4
C22:5n3 (DPA)	0,8	1,3
C22:6n3 (DHA)	15,4	19,3
C24:1	0,8	0,1

Tabla 4. Composición de fosfolípidos de aceite de pescado

Fosfolípidos	Aceite de pescado extraído	Producto final
Fosfatidilcolina	6,3	16,1
Liso-fosfatidilcolina	1,2	5,4
Fosfatidilinositol	0,7	1,8
Esfingomiellina	1,6	3,5
Fosfatidiletanolamina	1,8	4,5
Liso-fosfatidiletanolamina	0,5	1,4
Acilfosfatidiletanolamina	2,1	6,3
Ácido fosfático	0,3	0,9
Ácido liso-fosfático	0,1	0,2
Fosfolípidos totales	16,6	44,3

Ejemplo

Se calentó pescado hasta 85 °C y se prensó para proporcionar una torta prensada, que se sometió a extracción continua con etanol (96 % de etanol en agua) durante dos horas a 65 °C. La torta prensada extraída se sometió a separación sólido-líquido para separar un aceite crudo que contiene etanol de la torta prensada extraída. El etanol se evaporó a 85 °C al vacío para proporcionar un aceite de pescado libre de etanol, que se filtró para eliminar los residuos del aceite de pescado. A continuación, el aceite de pescado se extrajo con agua como disolvente polar a 80 °C durante 20 minutos seguido de tratamiento en una centrifuga de discos a 70 °C. La fracción polar procedente de la centrifugación se mezcló con aceite de pescado y agua en una relación del 48 % de fracción polar al 50 % de aceite de pescado y al 2 % de agua, y se extrajo la mezcla a 80 °C durante 20 minutos. A continuación, la mezcla extraída se centrifugó en una centrifuga de discos a 70 °C antes de la eliminación del agua por secado a 85 °C al vacío. Esto produjo un producto enriquecido en fosfolípidos y AGPI. La composición del aceite de pescado proporcionada por la extracción con etanol se compara con la composición del producto final en la Tabla 5 y la Tabla 6 a continuación.

Tabla 5. Composición de ácidos grasos de aceite de pescado preparado de acuerdo con una realización de la invención

Ácido graso	Aceite de pescado extraído con etanol	Producto final
	%	%
C14:0	1,9	1,6
C15:0	0,2	0,5
C16:0	22,7	18,8
C16:1	3,2	4,5
C18:0	4,8	4,9
C18:1	12,6	10,9
C18:2n6	0,6	1,5
C18:3	0,4	0,2
C18:4n3	0,6	1,8
C20:1	1,6	1,5
C20:4n6	0,8	1,0
C20:5n3 (EPA)	9,7	10,5
C22:1	1,8	1,4
C22:6n3 (DHA)	19,7	24,3

Tabla 6. Composición de fosfolípido del aceite de pescado preparado de acuerdo con una realización de la invención

Fosfolípidos	Aceite de pescado extraído con etanol	Producto final
Fosfatidilcolina	9,5	24,2
Liso-fosfatidilcolina	1,3	3,3
Fosfatidilinositol	0,9	2,3
Esfingomielina	0,9	2,3
Fosfatidiletanolamina	1,4	3,6
Liso-fosfatidiletanolamina	0,3	0,8
Acilfosfatidiletanolamina	0,8	2,1
Ácido fosfático	0,1	0,3
Ácido liso-fosfático	0,1	0,3
Fosfolípidos totales	15,6	> 40

Es evidente de la Tabla 5 y la Tabla 6 que el proceso de la invención proporciona un producto enriquecido en fosfolípidos, y que el proceso de la invención además proporciona un producto enriquecido en AGPI en comparación con el proceso de la técnica anterior.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un producto de fosfolípidos a partir de un aceite de pescado que comprende las etapas de:
- proporcionar un aceite de pescado que contiene lípidos y fosfolípidos;
 - en una primera etapa de extracción con disolvente polar, mezclar el aceite de pescado con un disolvente polar, en el que la relación de disolvente polar a aceite de pescado es de 5:95 a 25:75;
 - centrifugar la mezcla del aceite de pescado y el disolvente polar para separar una fracción polar a partir de una fracción de lípidos;
 - en una segunda etapa de extracción con disolvente polar, mezclar la fracción polar con el disolvente polar y el aceite de pescado, que no ha sido tratado en la primera etapa de extracción con disolvente polar para proporcionar una mezcla que comprende hasta el 5 % de disolvente polar; del 25 % al 75 % de aceite de pescado y el resto de fracción polar;
 - separar la mezcla de la fracción polar, el disolvente polar y el aceite de pescado en una fracción polar concentrada y una fracción de lípidos; y
 - aislar un fosfolípido de la fracción polar concentrada.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa de proporcionar el aceite de pescado comprende:
- extraer un material de pescado con un disolvente de extracción;
 - eliminar el disolvente de extracción para proporcionar el aceite de pescado;
 - opcionalmente someter el aceite de pescado a una separación sólido-líquido.
3. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la etapa de separación comprende centrifugar la mezcla de la fracción polar, el disolvente polar y el aceite de pescado para separar una fracción polar concentrada de una fracción de lípidos.
4. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el disolvente polar es agua.
5. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que además comprende la etapa de centrifugación de la fracción polar o de la fracción polar concentrada para concentrar los fosfolípidos.
6. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el material de pescado procede de la producción de harina de pescado, tal como harina de pescado o una torta prensada.
7. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el material de pescado procede de lanzón (*Hyperoplus* sp., *Gymnammodytes* sp. o *Ammodytes* sp., por ejemplo, *Hyperoplus lanceolatus*), espadín (*Sprattus sprattus*), arenque (*Clupea* sp., por ejemplo, *Clupea harengus*), anchoa (*Engraulis* sp., por ejemplo, *Engraulis ringens*), ochavo (*Capros aper*), faneca noruega (*Trisopterus esmarkii*), capelán (*Malotus villosus*), bacaladilla (*Micromesistius poutassou*) o jurel (*Trachurus murphyi*), o de kril, camarones, cangrejos, langostas, camarones mantis, cochinillas o pulgas de arena.
8. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el material de pescado procede de pescado que no se ha sometido a tratamiento térmico.
9. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la etapa de mezcla del aceite de pescado o la mezcla de la fracción polar y el aceite de pescado con el disolvente polar se lleva a cabo a una mayor temperatura.
10. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la etapa de mezcla del aceite de pescado o la mezcla de la fracción polar y el aceite de pescado con el disolvente polar se lleva a cabo a una temperatura de 5 °C a 40 °C.
11. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el aislamiento del fosfolípido de la fracción polar concentrada comprende la destilación al vacío de la fracción polar para eliminar el disolvente polar.
12. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la centrifugación se realiza en una centrífuga de discos.
13. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 12, en el que el disolvente de extracción es un disolvente apolar, por ejemplo, hexano, o en el que el disolvente de extracción es etanol o una mezcla de etanol y agua.

14. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 13, en el que la extracción con el disolvente de extracción se lleva a cabo a una mayor temperatura.

5 15. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 13, en el que la extracción con el disolvente de extracción se lleva a cabo a una temperatura de 5 °C a 40 °C.

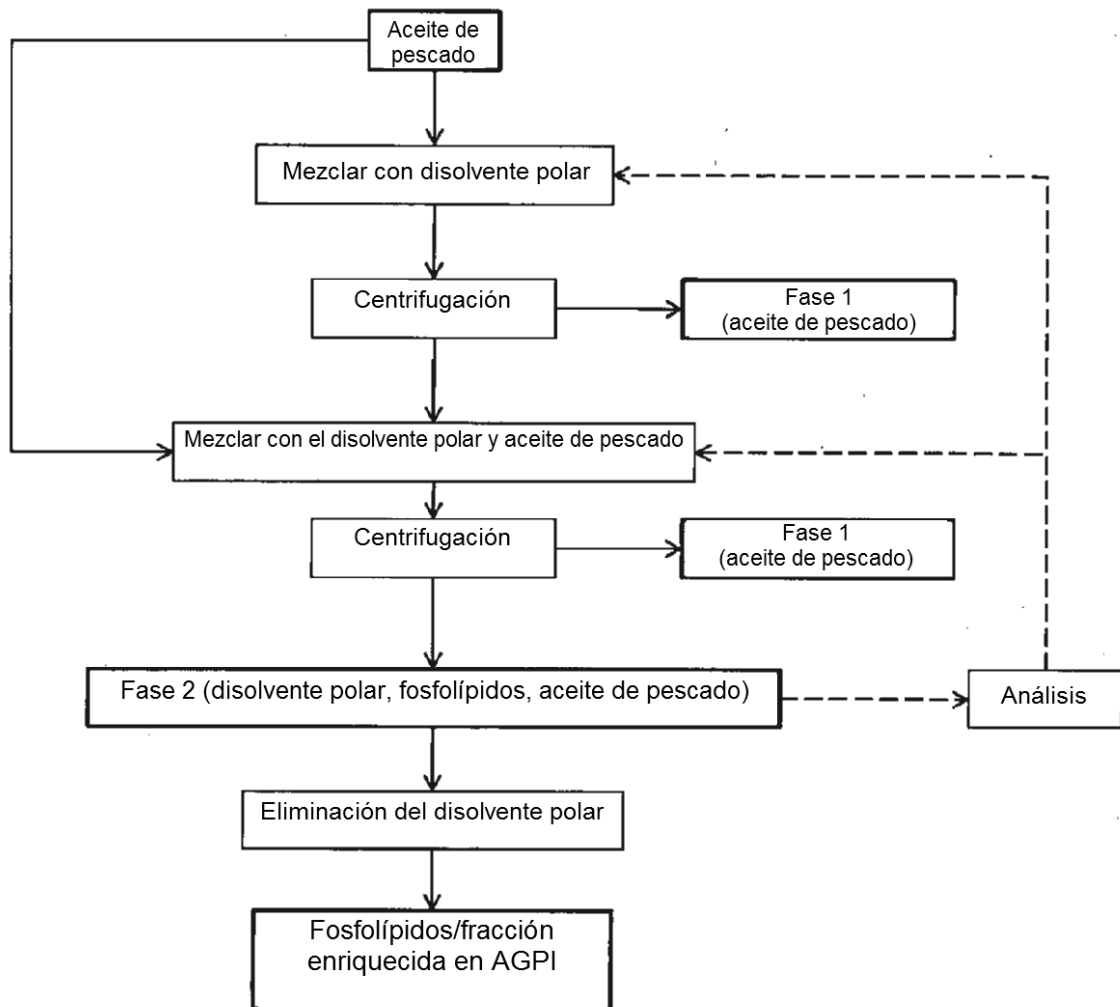


Fig. 1

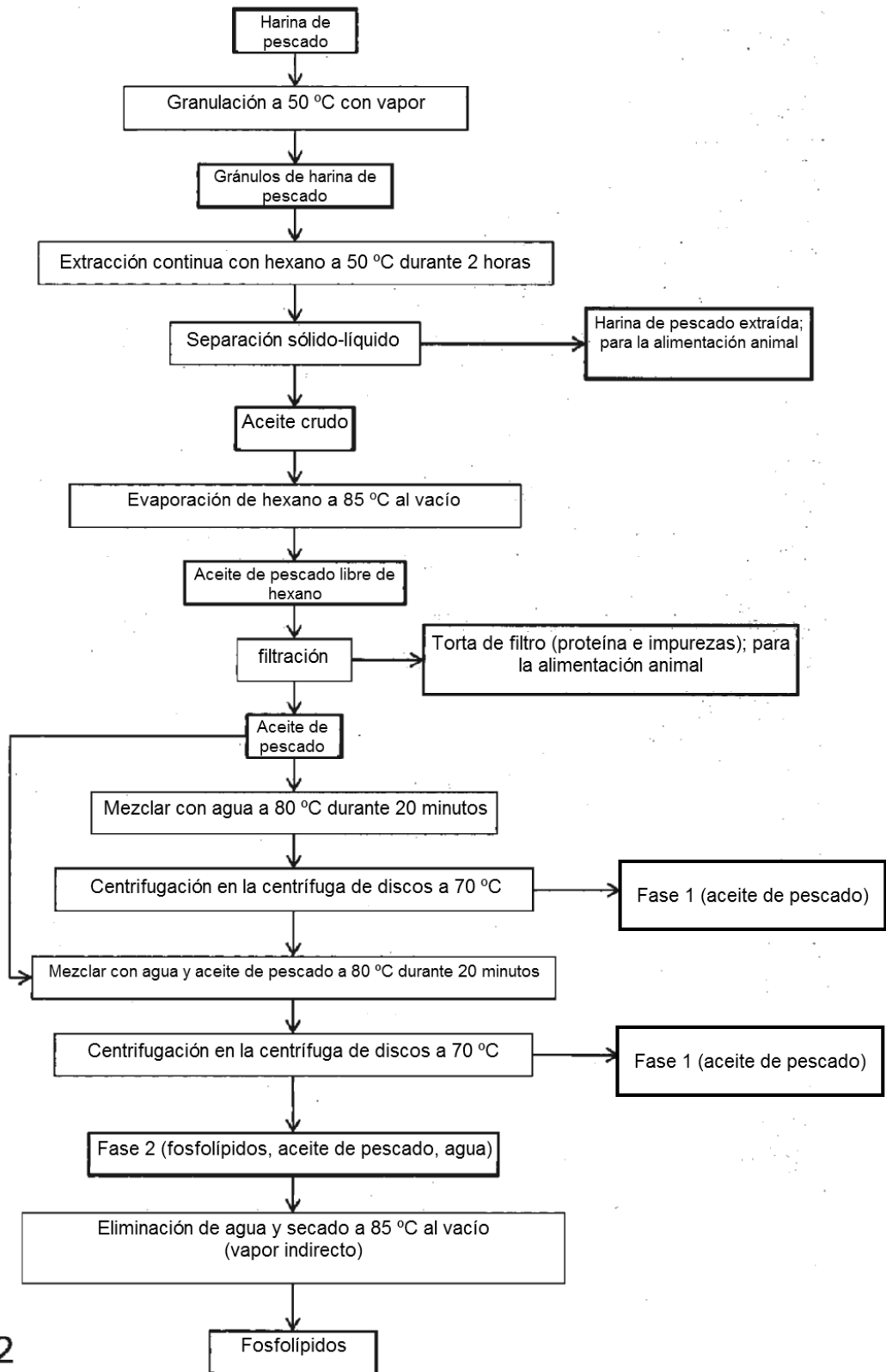


Fig. 2

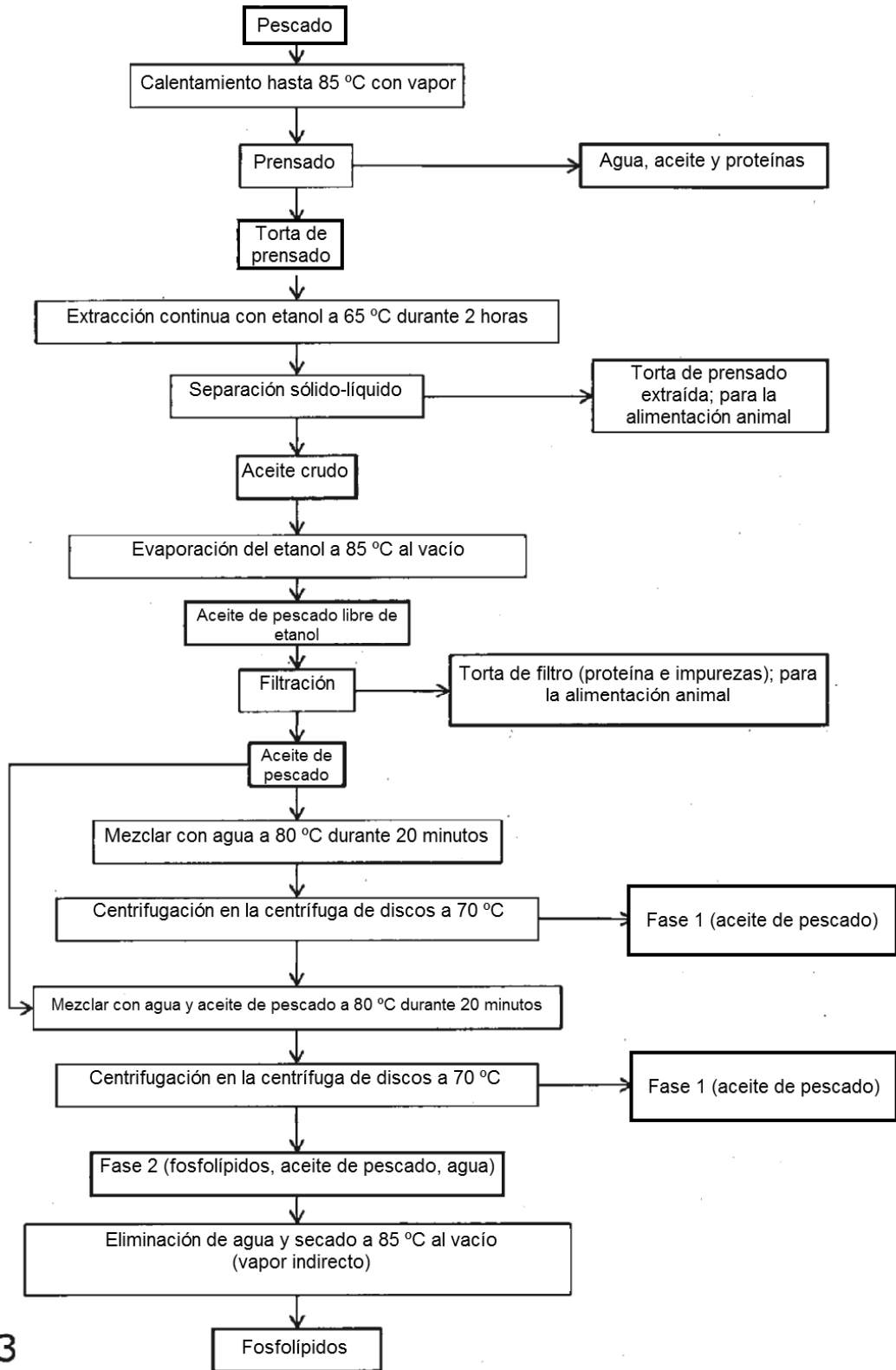


Fig. 3