



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 282 385**

51 Int. Cl.:
C11B 3/00 (2006.01)
B01D 61/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02425667 .9**
86 Fecha de presentación : **31.10.2002**
87 Número de publicación de la solicitud: **1416037**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **06.05.2004**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento físico de aceite de oliva.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.10.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.10.2007

73 Titular/es: **Carapelli Firenze S.p.A.**
Via Benvenuto Cellini, 75, Località Sambuca
50028 Tavarnelle val di Pesa, FI, IT

72 Inventor/es: **Mattei, Alissa;**
Marotta, Federico;
Capannelli, Gustavo;
Bottino, Aldo y
Turchini, Anna

74 Agente: **Fernández de Béthencourt, Marcos**

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

Procedimiento de tratamiento físico de aceite de oliva.

5 La presente invención se refiere a un proceso para el tratamiento físico, en particular la purificación, de aceite de oliva virgen que puede tener ligeros defectos organolépticos o cualitativos con relación a los parámetros químicos y físico-químicos o para el contenido de contaminantes hidrosolubles (compuestos fitoquímicos u otros contaminantes), con el objetivo de estabilizar y potenciar la calidad sin recurrir a métodos de refinamiento.

10 El procedimiento de acuerdo con la presente invención permite aumentar las cualidades nutricionales, químicas, físico-químicas, organolépticas del aceite de oliva virgen y su estabilidad en el tiempo, para obtener al mismo tiempo un aceite clarificado, estabilizado de elevada calidad.

Estado de la técnica

15 El aceite de oliva es un componente fundamental de la dieta mediterránea. El aceite de oliva virgen no es otra cosa que el jugo extraído de un fruto (desprovisto de la fracción acuosa) y debe considerarse un aliño ideal, gracias a sus características físico-químicas, nutricionales y a su aroma. De hecho está compuesto por un elevado porcentaje de ácido oleico, una grasa monoinsaturada de la que se conocen las propiedades anti-ateroscleróticas en la bibliografía científica, una baja concentración de ácidos grasos saturados, una dosis correcta para la ingesta diaria de ácidos grasos poliinsaturados (que el cuerpo humano no es capaz de sintetizar) y finalmente vitaminas (vitamina E) y antioxidantes (compuestos fenólicos). Pero las funciones importantes del aceite de oliva no acaban aquí. Estudios clínicos y experimentos siguen demostrando que una dieta equilibrada, con una ingesta significativa de aceite de oliva, reduce el nivel de concentraciones de LDL en la sangre y mejora la proporción LDL/HDL con las consecuencias beneficiosas de una reducción en el riesgo de aterosclerosis. Al mismo tiempo, los compuestos fenólicos que realizan su función como antioxidantes naturales, son muy importantes en la prevención de tumores y enfermedades cardiovasculares, como se está haciendo patente cada vez más en las recientes investigaciones médicas. Los aspectos principales que, en el contexto del aceite de oliva caracterizan la calidad, son las características organolépticas, estabilidad a la oxidación, la ausencia de contaminantes, tales como compuestos fitoquímicos, fitohormonas, agentes antiparasitarios, hidrocarburos y disolventes derivados de halógenos, y, naturalmente, las características nutricionales expresadas en términos del contenido de ácidos grasos saturados, monoinsaturados y poliinsaturados, la presencia de fitosteroles, vitaminas y antioxidantes naturales.

35 Hasta la fecha, como se sabe, el uso racional de pesticidas es necesario, en ausencia de alternativas válidas, para aumentar la productividad de los olivares. Uno de los problemas agrícolas principales para el crecimiento de los olivos es que esta planta y su fruto son muy sensibles a la atracción por una gran cantidad de insectos y parásitos que disminuyen enormemente la producción de aceitunas sanas y por lo tanto de aceite. A veces hay trazas de pesticidas o sus metabolitos presentes, a pesar de su biodegradabilidad, en las aceitunas. Entre los microcontaminantes, también están presentes los metales pesados, debido por ejemplo a la cercanía del olivar a carreteras principales o a localizaciones industriales. Por estas razones, la posibilidad, por lo tanto, de obtener grandes cantidades de aceite biológico obtenido de las aceitunas cultivadas sin presencia de contaminantes parece muy poco probable.

45 Además, los componentes nutricionales del aceite no son constantes en los diversos tipos de aceite, dependen de hecho de diversos factores entre los que el tipo de variedad cultivada, los métodos de cultivo, el tipo de recogida y prensado del aceite, condiciones climáticas no estacionales y, además, pueden degradarse fácilmente por la presencia de luz y oxígeno. El aceite, por lo tanto, incluso si se conserva correctamente, un año desde que se preme, puede haber perdido una gran parte de sus características cualitativas, como resultado de los fenómenos oxidativos facilitados por la presencia de numerosos compuestos, con características pro-oxidantes. Entre estos, las clorofilas (los pigmentos fotosintéticos de las plantas verdes), que son metaloporfirinas compuestas por cuatro anillos pirrólicos sustituidos de forma variada y unidos a un átomo de magnesio, en presencia de oxígeno y luz actúan como catalizadores, favoreciendo los fenómenos de oxidación que suceden en el aceite.

55 Además, el aceite extraído de la pasta de aceituna, incluso si se purifica por centrifugación, aún contiene agua en emulsión, partículas del fruto y mucílago en suspensión que retienen la actividad enzimática, dañando la conservación del aceite.

60 El tratamiento del aceite de oliva virgen actualmente practicado prevé una etapa de filtración realizada con filtros de presión en los que el componente de filtro está compuesto de paneles de tierra de diatomeas. Dicho procedimiento, aunque ahora está en gran medida consolidado, altera parcialmente las características químicas y organolépticas y causa la pérdida de la retención del aceite en los paneles. La filtración viene seguida opcionalmente por una etapa de clarificación en filtros de papel. Las reivindicaciones de la presente patente también se refieren a este aspecto importante.

65 El documento EP405657 describe un método para refinar aceite de oliva virgen que consta solamente de una etapa de microfiltración. El aceite a filtrar es aceite y no una mezcla de aceite-agua.

El documento DE3244007A1 describe un método para desgomar el aceite en el que se usa una membrana hidrofóbica. Puede encontrarse una descripción similar en el documento US4545940.

El documento US5516924 describe un método para desgomar aceites en el que no tiene lugar un pretratamiento de la membrana.

Los problemas presentados están en la base de la presente invención que pretende proporcionar un procedimiento de tratamiento de aceite comestible, en particular aceite de oliva virgen, que permite la obtención de un aceite purificado de contaminantes potenciales, conservando al mismo tiempo todas las características cualitativas (organolépticas y químicas) que caracterizan un aceite de oliva de elevada calidad.

Dicho problema se resuelve por el procedimiento de tratamiento físico del aceite presentado en las reivindicaciones adjuntas.

Descripción de la invención

Aunque el procedimiento de la invención es aplicable a cualquier tipo de aceite comestible no refinado, en la siguiente descripción se hará referencia particular al tratamiento del aceite de oliva virgen.

Los inventores de la presente solicitud de patente han desarrollado un procedimiento para el tratamiento físico de aceite de oliva virgen para obtener un producto más estable en el tiempo, de aroma mejorado, menor acidez libre y que esté desprovisto de contaminantes hidrosolubles.

Con la presente invención de hecho es posible estabilizar y equilibrar las características químicas y organolépticas del aceite de partida, reduciendo por ejemplo los aromas demasiado pesados del aceite, tales como los que llegan a ser deficiencias, retirar compuestos indeseados, reducir el nivel de oxidación y acidez del aceite tratado, aumentar la estabilidad de los componentes nutricionales presentes en el aceite de partida.

El procedimiento de la invención comprende, como etapa esencial, un tratamiento de filtración del aceite de oliva virgen para purificarlo o estabilizarlo con las ligeras deficiencias citadas anteriormente, usando membranas nanoporosas. Por la expresión “membranas nanoporosas” se entiende membranas que tienen una porosidad comprendida entre 1,0 y 200 nm. Más preferiblemente, se usan membranas con porosidad de menos de 100 nm.

La tecnología de los procesos de membrana es una tecnología segura y de bajo impacto medioambiental. La característica principal de dicha tecnología es que la solución, suspensión o emulsión para la filtración se mantiene agitada o se prepara para flujo tangencial con respecto a la membrana, con la consecuencia de que, funcionando apropiadamente, por ejemplo en el caudal tangencial, es posible crear una turbulencia en la superficie del filtro para retirar o controlar la capa de partículas que tiende a depositarse en el filtro y ocluir los poros.

El proceso se realiza preferiblemente preparando el flujo de aceite a presión comprendida entre 0,1 y 20 bar, más preferiblemente entre 1 y 6 bar, y con un caudal tangencial comprendido entre 0,5 y 10 m/s, preferiblemente entre aproximadamente 2 y 6 m/s. Se indicará particularmente una temperatura comprendida entre 5°C y 50°C, preferiblemente entre 20°C y 30°C para favorecer la penetración del aceite sin dañar el propio aceite.

Las membranas útiles en el procedimiento de la invención pueden ser de tipo inorgánico. Las membranas inorgánicas se basarán preferiblemente en óxido de titanio, zinc u aluminio con un soporte macroporoso de carbono, metálico o cerámico. Las membranas cerámicas, que no tienen naturaleza hidrófoba intrínseca, sin embargo se harán hidropulsoras por tratamiento con un medio de hidrofobicidad. Por la expresión “tratamiento con un medio de hidrofobicidad” se entiende un tratamiento con un medio capaz de conferir hidrofobicidad a la membrana tal como, por ejemplo, un tratamiento químico o físico apropiado, tal como un compuesto químico superficial o “injerto” de plasma, o un tratamiento de la membrana con un fluido hidrófobo capaz de dejar una película hidropulsora en la membrana. Dicho fluido hidrófobo podría ser cualquier aceite compatible con una aplicación alimentaria y, más preferiblemente, se pretende el mismo aceite alimentario para el proceso.

La selección de la membrana más adecuada se realiza de acuerdo con la naturaleza de los contaminantes o de las sustancias indeseadas contenidas en el aceite de oliva a tratar. De hecho se sabe que el aceite de oliva, en particular el aceite de oliva virgen, puede tener diferentes características físico-químicas y organolépticas de acuerdo con su variedad y origen. Por ejemplo, las aceitunas griegas tienen mayor contenido en cera y clorofila. En particular, la clorofila, como se ha dicho previamente, puede funcionar como pro-oxidante y por lo tanto alterar la conservabilidad del aceite. Viceversa, las aceitunas producidas en Andalucía, en España, tienen características organolépticas no óptimas (la presencia de un “aroma” de eucalipto dominante).

La retirada de los compuestos pro-oxidantes se realizará por tratamiento con membranas cerámicas nanoporosas, y en particular se retirará la clorofila por membranas nanoporosas con soportes de carbono. La operación realizada puede compararse como una primera aproximación a una filtración a nivel molecular. La separación de las moléculas tiene lugar explotando algunas de sus propiedades típicas tales como por ejemplo la estructura morfológica, composición química, el tamaño y forma de los poros, carga superficial, y propiedades de los solutos tales como la forma, tensión superficial, los tamaños o el volumen hidrodinámico.

Otras deficiencias presentes en el aceite de partida tales como el exceso de acidez, la presencia de compuestos fitoquímicos o hidrocarburos policíclicos aromáticos, pueden eliminarse sometiendo al aceite antes a filtración en una

ES 2 282 385 T3

membrana nanoporosa, para lavar con agua ultrapura (agua desmineralizada y bacteriológicamente pura) o agua con una sal básica añadida, por ejemplo una sal de ácido carbónico tal como carbonato potásico, para obtener un valor de pH de 8-9.

La etapa de lavado con agua se realiza poniendo el aceite en contacto con una fase acuosa con agitación y retirando el aceite por filtración en una membrana nanoporosa de naturaleza hidrófoba, tal como las descritas anteriormente. Para este fin, la membrana, si no es ya de naturaleza hidrófoba, experimentará un pre-tratamiento con aceite, que se adsorberá en la membrana volviéndola completamente hidrófoba para su uso posterior. Funcionando de esta manera, el agua libre o emulsionada no trata de pasar a través de la membrana ya que se bloquea en su superficie hidropulsora, mientras que el aceite penetra a través de la membrana.

La operación descrita anteriormente en este documento provoca la eliminación de los contaminantes mencionados previamente del aceite. De hecho, en la fase acuosa se reparten fácilmente las sustancias hidrosolubles tales como por ejemplo los compuestos fenólicos hidrófilos, los compuestos responsables del amargor del aceite, los pesticidas hidrófilos, los productos de oxidación, y similares. Además, en el caso del uso de agua con un pH ligeramente básico, es posible neutralizar parcialmente la acidez de los ácidos grasos libres, corrigiendo, si fuera necesario, la acidez del aceite de partida.

Es importante subrayar la ventaja doble del hecho de que la fase acuosa se retenga completamente por la membrana. En primer lugar esto provoca la eliminación total de los contaminantes hidrófilos del aceite. Además, la ausencia de agua en la fase oleosa final evita la presencia de una emulsión que puede provocar el enturbiamiento del producto. Obviamente no pueden obtenerse las mismas ventajas en el caso de filtración a través de membranas hidrófilas, en el que el agua penetra a través de la membrana. De hecho en ese caso, una parte del agua, y por lo tanto los contaminantes disueltos en ella, permanecerían inevitablemente atrapados en la fase oleosa.

En el procedimiento de la invención, por el contrario, una pequeña parte del aceite permanece atrapada en la fase acuosa retenida por la membrana (fase concentrada). Las sustancias naturales, de naturaleza hidrófila, permanecen, sin embargo, en la fase acuosa y se eliminan del aceite. En una realización particular de la presente invención, por lo tanto, se prevé una etapa para la recuperación de las sustancias naturales extraídas en la fase acuosa. Dicha fase de recuperación puede realizarse por extracción y reparto de las sustancias menos abundantes que pueden usarse en las industrias alimentaria y cosmética.

De acuerdo con una realización adicional de la invención, el aceite se somete a un tratamiento inicial que consta de al menos una etapa de filtración, por ejemplo a través de una tela no tejida con porosidad de 10-50 μm , o a través de filtros de papel. Esta operación permite la eliminación de una parte principal de los sólidos gruesos suspendidos en el aceite recién prensado, aumentando por lo tanto la velocidad de penetración de la etapa de filtración en membrana nanoporosa.

Debe observarse que el procedimiento de la invención es particularmente ventajoso porque permite obtener un aceite puro y de elevada calidad sin el uso de ningún reactivo químico.

La clarificación con materiales nanoporosos, tales como las membranas con porosidad menor de 200 nm, permite la retirada del aceite de todas las sustancias que, con el tiempo, comprometen la calidad favoreciendo los fenómenos de oxidación, hidrólisis y fermentación.

El proceso de filtración en membrana de acuerdo con la invención es un proceso de purificación innovador, muy versátil, y limpio que, por sus características, es completamente análogo y menos contaminante que los procesos de filtración que se usan actualmente.

La invención ahora se describirá adicionalmente mediante algunos ejemplos de realizaciones incluidas en este documento de un modo no limitante.

Ejemplo A

Método de tratamiento general del aceite con membranas nanoporosas

El aceite comestible para el tratamiento se envía al módulo de filtración formado por una o más membranas en paralelo o en serie con una presión (0,1-20 bar) tal para permitir la penetración a través de las membranas nanoporosas. De este modo, es posible obtener, dependiendo del tipo de membrana usada (porosidad, naturaleza química, etc.) una corriente de penetración constituida por aceite que, pasando a través de la membrana provoca que se purifique de mucílago, agua nanodispersa, compuestos que vuelven el aroma del aceite demasiado pesado y la clorofila, y un concentrado rico en impurezas, que puede, sin embargo, retirarse, recuperando el aceite por refinado clásico. El proceso completo debe realizarse de un modo tal para mantener una temperatura que no sea demasiado alta (posiblemente menos de 50°C) para no dañar los componentes termoinestables del aceite. El aceite se prepara para que penetre a través de membranas que tengan una porosidad menor de 0,2 μm .

Ejemplo 1

Procedimiento para la retirada de clorofila de aceite de oliva virgen

A. Condiciones de funcionamiento

La etapa de filtración en membrana nanoporosa prevé que el aceite crudo se trate por filtración en flujo tangencial. La membrana usada es de tipo TiO_2 sobre carbono. Aunque dicha membrana no es hidrófoba por sí misma, después del contacto con el aceite forma inmediatamente una película hidrófoba que influye en la naturaleza y el comportamiento de la membrana. Con ese objetivo, se usa un equipo fabricado completamente de acero inoxidable, compuesto por un tanque de suministro que contiene el aceite para el tratamiento (aproximadamente 5 l) y una bomba de engranajes que retira el aceite y lo envía al módulo donde están albergadas las membranas, suministrando la presión y la velocidad tangencial necesarias para el proceso. La presión de trabajo (2-6 bar) se controla por una válvula de regulación manual colocada aguas abajo del módulo y se mide con un manómetro de tipo Bourdon mientras que el suministro de alimentación, o el caudal tangencial en la superficie de la membrana se regula (1-6 m/s) a través de un convertidor de número de revoluciones de la bomba y se mide por un rotámetro de inducción magnética. En el interior del tanque hay una bobina donde circula una corriente de agua para controlar la temperatura del aceite. Salen dos corrientes del módulo: el permeado o el filtrado (la corriente que penetra a través de la membrana) y el producto retenido o concentrado.

Se han realizado ensayos manteniendo la concentración de alimentación constante, reciclando continuamente tanto el permeado como el concentrado al depósito de suministro. La duración de cada ensayo varió de una a tres horas. El caudal permeado se ha medido a intervalos de tiempo regulares. A partir de las muestras de permeado y concentrado retiradas se ha obtenido una muestra promedio que se ha analizado. Los resultados se presentan en la Tabla 1.

B. Muestra de aceite sometida a tratamiento y el objetivo de ensayo.

Se ha sometido una muestra de aceite de oliva virgen convencional a tratamiento de filtración. En este ejemplo el ensayo consistió en intentar disminuir el contenido de clorofila por filtración.

C. Análisis comparativo

Se ha usado una membrana con un soporte de carbono/ TiO_2 selectivo y una porosidad de 0,1 μm .

Los análisis realizados y los métodos relacionados han sido los siguientes:

Análisis

Método	Análisis
■ Contenido de clorofila	AOCS Cc13i-96 (1997)

TABLA 1

Retirada de clorofila

	Unidades de medida	Muestra de partida	Aceite Filtrado
Clorofila	ppm	5,43	0,77

Los datos presentados en la tabla señalan una reducción marcada en el contenido de clorofila del aceite, de acuerdo con lo esperado en el diseño experimental, y por tanto una disminución drástica del potencial pro-oxidante presente en el aceite de partida.

Ejemplo 2

Procedimiento para la mejora de las características organolépticas de muestras de aceite de oliva virgen con origen marcado típico de Andalucía (aroma de eucalipto)

A. Condiciones de funcionamiento

Se ha usado una membrana de TiO_2 depositada sobre un soporte de carbono, y se ha realizado una filtración tangencial del aceite de acuerdo con el método descrito anteriormente, con las siguientes condiciones de funcionamiento: $P = 4 \text{ bar}$; $T = 30^\circ\text{C}$ $V_R = 1 \text{ m/s}$.

B. Muestra de aceite sometida a tratamiento y el objetivo del ensayo

Se ha sometido a tratamiento de filtración una muestra de aceite de oliva virgen que mostró las características españolas marcadas originarias de Andalucía con sensaciones organolépticas de eucalipto, características de este origen.

C. Análisis comparativo

Se han analizado con detalle las muestras sometidas a tratamiento, en cuanto al procedimiento de funcionamiento. El objetivo del experimento fue ser capaces de obtener un aceite que no presentara un origen marcado sin alterar además los parámetros físico-químicos del aceite de partida.

Las muestras se han sometido a los siguientes ensayos:

Análisis	Método de análisis
■ Acidez	Reg. (CEE) 2568/91 All. II
■ Índice de peróxido	Reg. (CEE) 2568/91 All. III
■ Absorbancia U.V.	Reg. (CEE) 2568/91 All. IX
■ Evaluación organoléptica	Reg. (CEE) 2568/91 All. XII
■ Aroma	+ Ensayo de Panel ⁽¹⁾ Método de aroma ⁽²⁾
⁽¹⁾ <u>Descripción del Ensayo de Panel</u>: este método divide las características tanto positivas como negativas de la muestra, en características de aroma y sabor. Cada atributo se expresa en una escala de valores que varía de 0 a 5 (0 = ausente, 1 = solo detectable, 2 = ligero, 3 = medio, 4 = pesado, 5 = extremo). Además del color, también se analizan la sensación táctil suave y el grado de armonía-equilibrio general de la muestra; estos tres atributos se expresan en una escala continua del 0 al 5. ⁽²⁾ <u>Descripción del Método de Aroma</u>: este método consiste en analizar los componentes volátiles de la muestra responsables de las sensaciones olfativas (aroma) positivas y negativas, analizados mediante HPLC-MS después de la derivatización de los componentes carbonílicos.	

Los análisis se han realizado por el Dr. N. Cortesi y el Dr. P. Rovellini de la Stazione Sperimentale Oli e Grassi.

Los resultados de los análisis realizados en las muestras de aceite antes y después del tratamiento de filtración se presentan en las siguientes tablas 2, 3 y 4.

ES 2 282 385 T3

TABLA 2

Acidez, índice de peróxido y absorbancia U.V.

	Unidades de medida	Muestra de partida	Aceite filtrado
Acidez	% de ácido oleico	0,17	0,19
Índice de peróxido	meq O ₂ /Kg	11,9	12,3
K ₂₃₂		1,55	1,64
K ₂₇₀		0,10	0,12
ΔK		-0,001	-0,001

TABLA 3

Características organolépticas (condiciones de funcionamiento)

	Unidades de medida	Muestra de partida	Aceite filtrado
Amargor	Intensidad 0-5	3	2
Eucalipto	Intensidad 0-5	3	0
Apreciación		Aceite amargo limpio con origen pesado	Aceite más dulce con respecto al material de partida, sin origen

TABLA 4

Compuestos de aroma carbonílicos

	Unidades de medida	Muestra de partida	Aceite filtrado
Hexanal	Ppm	43,5	14,3
Nonenal	Ppm	20,8	6,9
Nonenal + nonanona	Ppm	355,5	101,8
Total	Ppm	814	381

D. Comentarios

Como se ha presentado en las tablas, en los ensayos realizados, no existieron variaciones en los parámetros físico-químicos de la muestra después de la filtración, de hecho todos los parámetros permanecen iguales y dentro de la variabilidad analítica. En su lugar se observan diferencias sustanciales entre las dos muestras desde el punto de vista organoléptico: la muestra de partida es amarga con un origen andaluz claro, que se expresa por el aroma positivo característico de eucalipto (valor 3), en su lugar la muestra filtrada llega a ser más dulce perdiendo el origen (eucalipto 0) y llegar a ser más armoniosa. Estas diferencias, mostradas por el sabor, se confirman por los análisis de los componentes volátiles, que están reducidos en la muestra filtrada. Por encima de todo, se aprecia la reducción de algunos componentes que, en el estudio, se han correlacionado con las sensaciones amarga, verde y de eucalipto.

ES 2 282 385 T3

Por lo tanto, la posibilidad de modificar y mejorar un aceite, con una simple operación de filtración, aunque sin alterar las características básicas, es extremadamente interesante.

Ejemplo 3

Procedimiento de modificación de estado de oxidación del aceite de oliva virgen

A. Condiciones de funcionamiento

Las muestras se han obtenido a través de una filtración tangencial en membrana del modo descrito previamente y funcionando en las siguientes condiciones $P = 4$ bar, $T = 30^{\circ}\text{C}$ $V_R = 2$ m/s. La membrana usada tiene una capa selectiva de TiO_2 con soporte de carbono.

B. Muestra de aceite sometida a tratamiento y el objetivo del ensayo

Se ha sometido a tratamiento de filtración una muestra de aceite de oliva virgen convencional. El objetivo del ensayo fue mejorar los parámetros de oxidación de la muestra pasándola a través de un filtro.

C. Análisis comparativo

Se han realizado los siguientes ensayos en muestras sometidas a tratamiento, según el procedimiento operativo:

Análisis	Método de análisis
■ Acidez	Reg. (CEE) 2568/91 All. II
■ Índice de peróxido	Reg. (CEE) 2568/91 All. III
■ Absorbancia U.V.	Reg. (CEE) 2568/91 All. IX
■ Estado oxidativo	Método de HPLC ^(*)
(*) Descripción del método de HPLC: las muestras se analizan por HPLC para poner de relieve el contenido en dieno, trieno, hidroxiperóxido y cetonas de doble enlace, que son características de la oxidación.	

Los análisis se realizaron por del Dr. N. Cortesi y el Dr. P. Rovellini de la Stazione Sperimentale Oli e Grassi.

Los resultados de los análisis realizados en las muestras de aceite, antes y después del tratamiento, se presentan en las tablas 5 y 6.

TABLA 5

Acidez, índice de peróxido y absorbancia U.V.

	Unidades de medida	Muestra de partida	Aceite filtrado
Acidez	% de ácido oleico	0,45	0,44
Índice de peróxido	meq O_2/Kg	10,0	10,3
K_{232}		2,12	2,10
K_{270}		0,14	0,15
ΔK		-0,002	-0,002

TABLA 6

Composición de ácidos grasos

	Unidades de medida	Muestra de partida	Aceite filtrado
Trienos 18:3	%	0,56	0,44
Dienos cis, trans 18:2	%	1,55	1,36
Hidroperóxidos 18:3	%	0,20	0,19
Cetotrienos 18:3	%	3,90	3,27
Cetodienos 18:2	%	0,39	0,35
Oxidación total	%	10,91	10,69

D. Comentarios

Como se pone de relieve en las tablas, en los ensayos realizados, no sucedieron cambios en los parámetros para la acidez, peróxidos y absorbancia U.V. que han permanecido prácticamente inalterados. Por el contrario, en las muestras tratadas por filtración con membrana nanoporosa, se observa una reducción en el porcentaje de las moléculas responsables de la oxidación, en particular los trienos 18:3.

*Ejemplo B**Método de tratamiento general del aceite con membranas nanoporosas y agua**A. Condiciones de funcionamiento*

El procedimiento se realiza en una célula construida apropiadamente para el tratamiento de pequeños volúmenes de productos alimenticios y sustancialmente compuesta por un cilindro graduado transparente con una capacidad de 200 ml, equipado con una cubierta con una abertura para suministrar el producto alimenticio o para la entrada de gas (aire o nitrógeno) que garantiza la presión necesaria para el proceso, y una válvula de seguridad. Se conecta un agitador magnético a la cubierta que, cuando rota, asegura un cierto grado de turbulencia en la superficie de la membrana, de aproximadamente 45 mm de diámetro. Esta última se fija entre el cilindro y la base inferior, que contiene un tabique poroso para el drenaje y recogida del producto permeado, que después de salir, se recoge y analiza.

El proceso prevé que la membrana se coloque en primer lugar en contacto con el aceite (durante unos pocos minutos) para crear una película oleosa en la superficie del filtro capaz de impedir completamente el contacto entre la fase acuosa y la superficie de la membrana y por lo tanto el paso de agua. El agua se añade solamente después de que el aceite haya comenzado a penetrar. Se añaden agua ultrapura (desionizada, desmineralizada y bacteriológicamente pura) en diferentes cantidades (5%, 15%, 30% y 40% en volumen) y a dos valores de pH diferentes, es decir, pH 6,8 ligeramente ácido y pH 8 ligeramente básico; durante el proceso pueden hacerse adiciones repetidas del aceite, para mantener el sistema en una proporción de concentración constante con respecto al agua según penetra el aceite.

El proceso se realiza manteniendo la mezcla de aceite y agua en agitación o reciclándola para favorecer la formación de una emulsión que después se separa en la superficie de la membrana que, debido a sus propiedades químicas (hidrofobicidad) o por el modo de ejecución (creación de una película oleosa en la superficie) permite el paso solamente del aceite, reteniendo en su lugar el agua y por lo tanto también todas las moléculas que están repartidas en la misma. Se pueden obtener los mismos resultados usando un aparato de filtración tangencial con membranas nanoporosas de tipo cerámico.

REIVINDICACIONES

1. Un método de tratamiento de aceite comestible que comprende las siguientes etapas en orden:

- a) proporcionar una membrana nanoporosa no hidrófoba;
- b) pre-tratar dicha membrana nanoporosa con aceite;
- c) poner en contacto un aceite comestible con agua;
- d) filtrar la mezcla aceite/agua, obtenida en la etapa c) en dicha membrana nanoporosa, obtenida en la etapa b).

2. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho aceite es el mismo aceite comestible que se pretende procesar.

3. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que dichas membranas nanoporosas son membranas inorgánicas preferiblemente seleccionadas entre membranas basadas en óxido de titanio, zinc o aluminio con soporte macroporoso de carbono, metálico o cerámico.

4. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicha membrana nanoporosa tiene una porosidad comprendida entre 1 y 200 nm, preferiblemente menos de 100 nm.

5. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicha etapa de filtración d) de la mezcla aceite/agua a través de dicha membrana nanoporosa se realiza a una presión comprendida entre 0,1 y 20 bar, preferiblemente entre 1 y 6 bar.

6. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicha mezcla de aceite/agua se mantiene en movimiento o se prepara para flujo tangencial a dicha membrana nanoporosa con un caudal tangencial comprendido entre 0,5 y 10 m/s, preferiblemente entre aproximadamente 2 y 6 m/s.

7. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que dicha etapa de filtración d) de la mezcla de aceite/agua a través de dicha membrana nanoporosa se realiza a una temperatura entre 20°C y 30°C.

8. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que dicha agua es agua desmineralizada y bacteriológicamente pura.

9. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que dicha agua tiene una sal básica añadida para obtener un valor de pH de 8-9.

10. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con la reivindicación 9, en el que dicha sal básica es una sal de ácido carbónico, preferiblemente carbonato potásico.

11. El método de tratamiento de aceite comestible de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que dicho aceite se somete previamente a una etapa de filtración a través de una tela no tejida con una porosidad de 10-50 μm , o a través de un filtro de papel.