

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 332 977**

21 Número de solicitud: 200802178

51 Int. Cl.:

C11B 3/12 (2006.01)

C11B 13/00 (2006.01)

A23D 9/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación: **22.07.2008**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **15.02.2010**

Fecha de la concesión: **28.01.2011**

45 Fecha de anuncio de la concesión: **09.02.2011**

45 Fecha de publicación del folleto de la patente:
09.02.2011

73 Titular/es: **Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)**
c/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES
Oleicola El Tejar, S.C.A.

72 Inventor/es: **Sánchez Moral, Pedro;**
Dobarganes García, María Carmen y
Ruiz Méndez, María Victoria

74 Agente: **Pons Ariño, Ángel**

54 Título: **Aceite de orujo de oliva comestible concentrado en ácidos triterpénicos, procedimiento de refinación física utilizado para su obtención y recuperación de los componentes funcionales presentes en el aceite crudo.**

57 Resumen:

Aceite de orujo de oliva comestible concentrado en ácidos triterpénicos, procedimiento de refinación física utilizado para su obtención y recuperación de los componentes funcionales presentes en el aceite crudo.

Procedimiento de refinación de aceite de orujo crudo de oliva obtenido mediante centrifugación o decantación del orujo que comprende la etapa de filtración del aceite de orujo crudo de oliva de partida que se lleva a cabo a través de filtros con una luz comprendida entre el intervalo de 0,1 a 20 micras y a temperatura inferior a 70°C, preferentemente entre 35-45°C.

ES 2 332 977 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Aceite de orujo de oliva comestible concentrado en ácidos triterpénicos, procedimiento de refinación física utilizado para su obtención y recuperación de los componentes funcionales presentes en el aceite crudo.

5

Sector de la técnica

La presente invención se engloba dentro del sector de la tecnología de alimentos describiendo un nuevo procedimiento de refinación física basado en la neutralización de los ácidos grasos libres mediante destilaciones sucesivas a alta temperatura y vacío. Concretamente describe el procedimiento de obtención, a partir de un aceite de orujo de oliva de centrifugación o decantación, de un aceite comestible con una elevada concentración en ácidos triterpénicos con aplicación directa como constituyente en la alimentación. Adicionalmente es también objeto de la invención la recuperación de un concentrado rico en ácidos triterpénicos, así como de otros componentes funcionales presentes en el aceite crudo, a partir de los subproductos del proceso y que pueden ser destinados a sectores tan diversos como alimentación, cosmética, energético, como fuente de compuestos de interés para la industria química, y farmacéutico, como preparaciones medicinales y veterinarias.

15

Estado de la técnica

El orujo es el residuo sólido obtenido en los molinos de aceite (almazaras), una vez las aceitunas se han sometido al proceso primario de extracción de aceite de oliva por medios mecánicos. Está compuesto mayoritariamente por los residuos sólidos procedentes de la pulpa, el hollejo y el hueso o semilla de las aceitunas, por aceite retenido en dichos residuos sólidos (y que no ha podido extraerse por los procedimientos mecánicos convencionales) y por agua tanto de constitución (propia de la aceituna) como adicionada durante el proceso de extracción de aceite (Sánchez Moral y Ruiz Méndez, 2006). El proceso tradicional para extraer este aceite y producir el denominado “aceite de orujo crudo” es utilizando hexano, hidrocarburo ligero procedente del petróleo e inmiscible con el agua. El proceso consta de dos etapas, una etapa inicial de secado del orujo hasta aproximadamente el 8% de humedad y una etapa posterior de extracción con disolvente.

20

25

Sin embargo, los aceites de orujo extraídos siguiendo este método tradicional presentan dos claros inconvenientes. En primer lugar, los aceites extraídos presentan una mayor cantidad en fosfolípidos, ceras y una importante cantidad de compuestos anómalos como, jabones y ésteres etílicos. Además, cuando en el proceso de obtención del aceite de oliva virgen se ha utilizado el sistema de dos fases, el secado posterior del orujo se tiene que realizar a temperaturas muy elevadas y, debido a las condiciones tan drásticas utilizadas, el aceite de orujo crudo obtenido presenta, adicionalmente, cantidades de Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos (en adelante HPAs) inusualmente altas (400-200 ppb de benzo-alfa-pireno) (León Camacho *et al.*, 2003).

30

35

Con la finalidad de evitar y/o reducir la presencia de todos estos componentes en el aceite de orujo de oliva, una alternativa al uso de disolventes, y que evita el inicial secado del orujo, fue presentada en la patente de invención ES 2 048 667 (Artacho, Oleícola El Tejar, 1994). En esta patente se dio a conocer un procedimiento completamente mecánico para la extracción de aceite de orujo de oliva sin la utilización de disolventes orgánicos. Mediante la utilización de este procedimiento alternativo, al orujo de dos fases aún se le consigue extraer entre un 40-60% del aceite retenido. El procedimiento consiste en una segunda centrifugación, posterior a la separación inicial del aceite, de oliva virgen, en una centrífuga horizontal o “decanter”, del aceite de orujo, fresco o almacenado, de partida, obteniéndose lo que se denomina “aceite de repaso”. Este aceite, comercialmente clasificado como “aceite de orujo crudo”, destaca por presentar una mínima cantidad de HPAs, no tiene lugar su formación debido a que no hay etapa de secado, y de fosfolípidos, debido a que no se usan disolventes en su proceso de obtención.

40

45

Adicionalmente, y además de reducir significativamente la presencia de estos compuestos, la principal característica del aceite de orujo de oliva resultante de la extracción mecánica es que contiene muy elevadas cantidades de compuestos bioactivos y funcionales de enorme interés como son, por ejemplo, los ácidos triterpénicos.

50

Los ácidos triterpénicos son compuestos naturales presentes en plantas y en alimentos a los que se atribuyen propiedades beneficiosas para la salud y, por tanto, son objeto de demanda por parte de las industrias de la alimentación, cosmética y farmacológica. Entre las propiedades beneficiosas atribuidas a los ácidos triterpénicos destacan sus actividades antimicrobianas y anti-hiperglucémicas (Horiuchi *et al.*, 2007, Sato *et al.*, 2007), anti-inflamatorias y antitumorales (Márquez-Martín *et al.*, 2006, Braga *et al.*, 2007, Martín *et al.*, 2007), son factores estimulantes del crecimiento si se utilizan en dietas de Truchas (Fernández-Navarro *et al.*, 2006), y presentan efecto como protector hepático (Liu *et al.*, 1995).

55

60

Los ácidos triterpénicos, constituyentes de la piel de la aceituna, pasan al aceite debido a los procesos hidrolíticos que tienen lugar en la aceituna y en el orujo. Así, no se encuentran cantidades apreciables de estos ácidos en los vírgenes extra pero sí en los aceites de orujo y en los aceites de oliva virgen con una acidez superior a 1% (Pérez Camino y Cert., 1999). Además, está bien establecido que la concentración en ácidos triterpénicos aumenta con el tiempo de almacenamiento del orujo, pudiéndose alcanzar concentraciones superiores a 15 g/kg después de siete meses y siendo, oleanólico y maslínico los dos principales ácidos triterpénicos identificados. El contenido de ácido maslínico es mayor que el de ácido oleanólico en el aceite de orujo obtenido mediante centrifugación (García *et al.*, 2008).

65

La idea general de que el aceite de orujo de oliva es considerado una magnífica fuente de este tipo de compuestos queda confirmada por los distintos procedimientos de obtención de ácidos triterpénicos, a partir tanto del propio orujo de oliva, sólido residual de la extracción del aceite de oliva (García Granados, 1998) como de los subproductos del procesamiento del aceite (Kuno, 2003) que han sido patentados recientemente.

5 Por otro lado, los aceites deben ser refinados para su uso como comestibles. La refinación de aceites es un proceso que tiene por objeto la eliminación de compuestos indeseables bien porque comunican características de color, olor y sabor no agradables al consumidor, o bien porque afectan a la estabilidad del producto. Estos compuestos pueden ser naturales en los aceites (como los fosfolípidos o la acidez libre), compuestos de degradación (peróxidos) o bien reactivos añadidos durante el proceso (sosa, tierras, etc.) (De Greyt y Kellens, 2000).

En la actualidad, el proceso convencional que se aplica de forma habitual al aceite de orujo de oliva es el denominado refinado químico que consta de las siguientes etapas: desgomado, neutralización, winterización, decoloración y desodorización (Antonopoulos *et al.*, 2006). Brevemente, la etapa inicial del desgomado tiene como objetivo la eliminación de fosfolípidos mediante la adición de agentes hidratantes. Posteriormente, el aceite desgomado se trata con una solución alcalina para precipitar los ácidos grasos libres como jabones y, al mismo tiempo, eliminar las trazas remanentes de fosfolípidos. Durante la etapa de winterización, y mediante enfriamiento y posterior filtración o centrifugación, se eliminan aquellos compuestos que precipitan a temperatura ambiente, principalmente las ceras y triglicéridos saturados presentes en el aceite neutro. En la etapa de decoloración se eliminan pigmentos, productos de oxidación y trazas de metales. En la desodorización, última etapa de la refinación química, se eliminan los compuestos minoritarios presentes en los aceites responsables del olor y del sabor como son aldehídos, cetonas, alcoholes e hidrocarburos, obteniéndose, finalmente, un aceite con color y sabor aceptables para el consumo final (De Greyt y Kellens, 2000). El principal inconveniente que presenta la refinación clásica alcalina del aceite de orujo se encuentra en la etapa de neutralización donde el uso de sosa cáustica elimina, además de los ácidos grasos libres, los ácidos triterpénicos presentes en el aceite en forma de jabones (Servege, 1983). Métodos de neutralización alternativos, actualmente en estudio, están basados en la eliminación de ácidos grasos mediante la utilización de fluidos supercríticos (Bondioli, 1992) o bien mediante una etapa de destilación molecular (Lanzani *et al.*, 1988).

Por todo ello, y como alternativa a la refinación clásica alcalina para poder obtener un aceite de orujo de oliva apto para el consumo y que además contenga todos los ácidos triterpénicos presentes inicialmente, en la presente invención se utiliza un procedimiento de refinación física en el que los ácidos grasos libres son, en este caso, eliminados en etapas sucesivas de destilación a vacío y a alta temperatura.

Además, mientras que la refinación química convencional puede necesitar hasta de seis etapas, con continuas separaciones de fases que nunca se realizan con el 100% de eficacia, el procedimiento presentado de refinación física sólo requiere de tres. Por tanto, otra ventaja adicional del proceso presentado es que, al eliminar las etapas de desgomado, neutralización con álcali, lavados y winterización, se reducen las pérdidas de aceite neutro, se obtiene un mayor rendimiento final del proceso y, paralelamente, se reduce la polución debida a las aguas jabonosas.

Otra ventaja del procedimiento de refinación física presentado es que permite recuperar subproductos de gran calidad. Por una parte, la filtración inicial del aceite permite separar los ácidos triterpénicos insolubles en el aceite y obtener un concentrado con más de un 50% de pureza y por otra parte, los subproductos provenientes de las distintas destilaciones del proceso de refinación física constituyen, por sí mismos, una buena materia prima para la obtención de compuestos de elevado valor añadido. Como ejemplo de estos subproductos, durante el proceso objeto de la patente además del aceite de orujo de oliva final, concentrado en ácidos triterpénicos, se obtienen no sólo los ácidos grasos libres sino también cantidades apreciables de fitosteroles, hidrocarburos y tocoferoles, que son objeto de una intensa actividad investigadora desde hace varias décadas.

Por tanto, la presente invención se basa en un nuevo procedimiento de refinación física donde, utilizando como materia prima de partida aceite de orujo de oliva obtenido mediante centrifugación o decantación, la disminución de los ácidos grasos libres se produce mediante etapas de destilación controladas evitando la utilización de compuestos químicos como el ácido fosfórico e hidróxido de sodio durante el proceso. Esto permite mantener en el aceite final los ácidos triterpénicos de menor volatilidad, obteniéndose de esta manera un aceite apto para el consumo enriquecido en los ácidos triterpénicos presentes en el orujo inicial y, adicionalmente, diversas fracciones y concentrados enriquecidos en ácidos triterpénicos, esteres metílicos y etílicos, esteroles o escualeno de enorme interés industrial y médico.

Descripción de la invención

Descripción breve

En la presente invención se describe un proceso de refinación que permite obtener, por primera vez, un aceite de orujo de oliva refinado, rico en ácidos triterpénicos propios del aceite y apto para el consumo. Para ello, se presenta un procedimiento de refinación física que, utilizando como partida el producto obtenido de filtrar un aceite de orujo de oliva obtenido mediante centrifugación o decantación, está basado en la eliminación de los ácidos grasos libres presentes mediante destilación, en etapas controladas, del aceite filtrado y decolorado. Adicionalmente, el procedimiento de refinación presentado, permite el aprovechamiento de todos los subproductos de alto valor añadido generados durante el proceso.

ES 2 332 977 B1

Por tanto, un primer aspecto de la presente invención lo constituye el procedimiento de filtración, etapa a) de la figura 1, de un aceite de orujo de oliva obtenido mediante centrifugación o decantación caracterizado porque la filtración del aceite de orujo de oliva crudo de partida se lleva a cabo a través de filtros de entre 20-0,1 micras de luz, a temperaturas superiores a la ambiente e inferior a 70°C, preferentemente entre 35-45°C.

Un segundo aspecto de la invención lo constituye el proceso de refinación para eliminar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de orujo de oliva filtrado obtenido en la etapa anterior que se lleva a cabo mediante sucesivas destilaciones controladas, no produciéndose las etapas de desgomado, neutralización alcalina, lavados y winterización establecidas en la refinación química tradicional, con la finalidad de mantener en el aceite final los ácidos triterpénicos, de menor volatilidad, presentes y que comprende las siguientes etapas (Figura 1):

b.- decoloración, mediante la adición de la cantidad adecuada de coadyuvantes tecnológicos, preferentemente tierra decolorante activada (0.5-2%), sílice amorfa (trisyl) (0.1-0.5%) y carbón activo (0.05 y 0.2%), del aceite filtrado obtenido en la etapa anterior (a). Para el proceso, el aceite filtrado de partida es desgasificado y calentado hasta la temperatura normal de decoloración, entre 80 y 120°C. A continuación se le adicionan los coadyuvantes tecnológicos necesarios manteniéndose en agitación durante un máximo de 30 minutos en unas condiciones de presión inferiores a 70 mbar, preferentemente 40 mbar. Finalmente, se realiza un proceso de filtración para retirar los coadyuvantes tecnológicos añadidos;

c.- destilación de los ácidos grasos libres. En una primera destilación (c1), el aceite decolorado producto obtenido en el apartado (b) se somete a una destilación a temperatura inferior a 200°C y vacío inferior a 10 mbar, en un destilador tipo capa fina con o sin arrastre de vapor o nitrógeno, obteniéndose como subproducto se obtiene un destilado [2]. Mediante una segunda destilación (c2) a temperatura inferior a 250°C y vacío inferior a 5 mbar, se eliminan los ácidos grasos libres residuales en el aceite producto del tratamiento (c1), obteniéndose adicionalmente el destilado [3],

d.- desodorización y estabilización del aceite obtenido en el paso (c) mediante destilación a vacío inferior a 3 mbar y a baja temperatura, inferior a 220°C, con arrastre de vapor, obteniéndose un aceite [4] con un contenido en ácidos triterpénicos superior a 150 ppm apto para el consumo;

e.- obtención de una fracción más volátil [5] y un concentrado en materia insaponificable [6] como subproductos de destilación del producto obtenido en el apartado (c), destilado [3], mediante una tercera destilación, molecular o en recorrido corto de alto vacío (entre 0.1 y 0,001 mbar) y a temperatura inferior a 215°C.

Un tercer aspecto de la invención lo constituye un procedimiento de extracción sólido-líquido, etapa f), con disolventes orgánicos, preferentemente hexano y etanol, del producto retenido en la etapa a) de filtración.

Un cuarto aspecto de la invención lo constituye un extracto concentrado [1] caracterizado porque se obtiene por aplicación de las etapas a) y f), y porque presenta una concentración de ácidos triterpénicos superior al 20%, normalmente superior al 50%, y donde la proporción de ácido maslínico es mayor que la de ácido oleanólico.

Un quinto aspecto de la invención lo constituye un destilado [2] caracterizado porque se obtiene por aplicación de las etapas a), b) y c1), y porque presenta una concentración de ácidos grasos libres mayor del 60% y de ésteres etílicos totales mayor del 10%.

Un sexto aspecto de la invención lo constituye un destilado [3] caracterizado porque se obtiene por aplicación de las etapas a), b), c1) y c2), y porque presenta una concentración de ácidos grasos libres mayor del 30% y de ésteres etílicos totales mayor del 5%.

Un séptimo aspecto de la invención lo constituye un aceite de orujo de oliva refinado [4] caracterizado porque se obtiene por aplicación de las etapas a), b), c1), c2) y d), y porque presenta una concentración de ácidos triterpénicos, preferentemente maslínico y oleanólico, superior a 150 ppm.

Un séptimo aspecto de la invención lo constituye un destilado [5] caracterizado porque se obtiene por aplicación de las etapas a), b), c1), c2) y e), y porque contiene, al menos, ésteres de ácidos grasos con alcoholes lineales de cadena corta, escualeno y ácidos grasos libres.

Un octavo aspecto de la invención lo constituye un concentrado [6] caracterizado porque se obtiene por aplicación de las etapas a), b), c1), c2) y e), y porque presenta un contenido en materia insaponificable superior al 15%, constituida mayoritariamente por esteroides.

Descripción detallada

La presente invención se enfrenta al problema de ofrecer un aceite de orujo refinado apto para el consumo, que conserve el máximo de los ácidos triterpénicos presentes de partida en el aceite de orujo de oliva obtenido mediante centrifugación. Éste aceite de orujo de oliva rico en ácidos triterpénicos se obtiene mediante un procedimiento de refinación física que evita la utilización de compuestos químicos como el ácido fosfórico e hidróxido de sodio durante el proceso.

ES 2 332 977 B1

El proceso presentado en esta patente comienza con una etapa inicial de filtración (a) del aceite de orujo de oliva obtenido mecánicamente. La filtración del aceite se lleva a cabo secuencialmente a través de filtros de 20 micras, 10 micras, 5 micras, 1 micra y 0,1 micra, ya que el aceite de orujo obtenido mediante centrifugación contiene una cantidad importante de sólidos en suspensión y si la malla es pequeña inicialmente, los filtros se colapsan impidiendo el flujo de aceite, por lo que se colocan filtros en serie disminuyendo en cada uno el tamaño de luz. Los sólidos retenidos están constituidos mayoritariamente por ácidos triterpénicos insolubles en el aceite debido a su elevada concentración y baja solubilidad.

La filtración se realiza a temperaturas superiores a la ambiente e inferior a 70°C, para disminuir la viscosidad del aceite y aumentar su fluidez sin solubilizar los ácidos triterpénicos a separar. El residuo sólido es un subproducto rico en ácidos triterpénicos y el filtrado es un aceite de orujo transparente que se somete posteriormente al proceso de refinación que comienza con una etapa de decoloración.

Posteriormente, y durante la etapa de decoloración (b), se eliminan aquellos compuestos responsables del color de los aceites como son los pigmentos, clorofilas y carotenos principalmente, y compuestos de degradación que tienen grupos cromóforos como cadenas hidrocarbonadas con dobles enlaces conjugados. La decoloración se realiza adicionando tierras decolorantes (silicatos aluminico-magnésicos) activadas sobre cuyos centros activos se adsorben los compuestos de interés. Sustancias polares como los jabones y fosfolípidos colapsan los centros activos de las tierras y no les permite actuar eficazmente frente a las clorofilas y demás compuestos cromóforos, por lo cual es de crucial importancia que se realice de manera eficaz la eliminación utilizando sílices amorfas como Trisyl (Grace) para lograr el objetivo de esta etapa y de las etapas de destilación posteriores. Durante esta etapa, se recomienda también la utilización de carbón activo para eliminar compuestos oxidados responsables del color pardo presente en el aceite de orujo, y contaminantes como los hidrocarburos aromáticos policíclicos.

El tratamiento se realiza a vacío inferior a 70 mbar siendo el procedimiento habitual el siguiente: el aceite se desgasifica y se calienta hasta la temperatura de trabajo, entre 80 y 120°C. A continuación se le adicionan los coadyuvantes tecnológicos necesarios y se mantiene con agitación un máximo de 30 minutos. Posteriormente, el aceite se filtra para retirar los coadyuvantes añadidos.

El aceite decolorado obtenido se somete a destilación (c) cuyo objetivo es eliminar los ácidos grasos libres del aceite, hasta que su contenido sea inferior a 0.5%. La destilación aprovecha las diferencias de volatilidad y puntos de ebullición de los componentes líquidos a separar y depende de variables como la temperatura, presión, composición de la mezcla y equilibrio líquido-vapor. Si disminuye la presión de operación aumenta la volatilidad de los compuestos y se produce la ebullición a temperaturas más bajas lo que evita que se degraden compuestos termolábiles.

Para el desarrollo del proceso descrito en esta patente se utilizan preferentemente destiladores de capa fina, muy adecuados para la eliminación de los ácidos grasos libres, que son en este caso los compuestos volátiles mayoritarios que se eliminan por la parte superior de la columna.

En la práctica las destilaciones se efectúan en varias etapas, variando la temperatura conforme varía la composición del líquido en ebullición. En este caso se han aplicado dos etapas de destilación. La primera destilación (c1) permite la obtención de un aceite de baja acidez (<3% expresada como ácido oleico) y de un destilado [2] que contiene como compuestos mayoritarios ácidos grasos libres, ésteres de ácidos grasos con alcoholes de cadena corta como son etílico y metílico y un bajo contenido en materia insaponificable, siendo susceptible de aplicación en el campo de la oleoquímica y bio-energía. La destilación se realiza a temperatura inferior a 200°C y vacío inferior a 10 mbar, en un destilador tipo capa fina obteniéndose un aceite con acidez todavía superior a 0.5% (expresada como porcentaje de ácido oleico).

La segunda destilación (c2) del aceite tiene como objeto completar la separación de los ácidos grasos libres. El producto obtenido en el apartado (c1) se somete a destilación a temperatura inferior a 250°C y vacío inferior a 5 mbar en un destilador tipo capa fina, con o sin arrastre de vapor o nitrógeno. En esta destilación se obtiene un aceite de baja acidez (<0.5%, expresada como ácido oleico) y un destilado [3] concentrado en ácidos grasos libres, ésteres de ácidos grasos con alcoholes de cadena corta, e insaponificables, particularmente escualeno y esteroides.

Finalmente, se completa el proceso con la etapa de desodorización clásica del proceso de refinación (d). Es un proceso de destilación a vacío y a alta temperatura, que se lleva a cabo con arrastre con vapor de agua, aunque como alternativa figura el uso del nitrógeno (Huesa y Dobarganes, 1990). Las temperaturas utilizadas para la desodorización se encuentran comprendidas entre 180°C y 270°C. Estos límites de temperatura vienen establecidos por las reacciones químicas de descomposición e hidrólisis que se producen durante esta etapa (Sjöberg, 1991).

El tiempo mínimo requerido depende normalmente del grado de decoloración térmica que se desea obtener. La cantidad de volátiles generados en esta etapa es inferior al 0.1% de la cantidad de aceite sometida al tratamiento.

Se obtiene un aceite [4] con un contenido en ácidos triterpénicos superior a 150 ppm apto para el consumo, objeto de esta patente.

Aprovechamiento de los subproductos

1- Aprovechamiento de los subproductos de la filtración: obtención del concentrado de ácidos triterpénicos

5 Para separar el concentrado [1] de los medios filtrantes sólidos, se procede a una extracción sólido-líquido, etapa f) de la figura 1. El procedimiento se puede realizar tanto en continuo como en discontinuo, o bien por enriquecimiento progresivo de la mezcla en sistemas combinados [ej. extractores sólidos discontinuos y sistema continuo de enriquecimiento del disolvente].

10 Cuando los medios filtrantes utilizados son fabricados en celulosa, se requieren disolventes orgánicos no polares que no solubilizan los ácidos triterpénicos, preferentemente hexano, para retirar el aceite ocluido en los filtros, fundamentalmente triglicéridos y ceras, y a continuación un disolvente polar, preferentemente etanol a 60-80°C para solubilizar y separar los ácidos triterpénicos.

15 Si los filtros utilizados son metálicos o de porcelana basta este paso de extracción de ácidos triterpénicos con etanol, ya que no queda aceite retenido.

A continuación se procede a la clarificación, mediante filtración o centrifugación, de los extractos y posteriormente a la concentración del clarificado mediante evaporación a vacío del disolvente, hasta conseguir un volumen del extracto bruto comprendido entre el 20% y el 50% del volumen de macerado inicial. Por último, también se puede proceder a un secado a vacío del extracto hasta obtenerlo en forma de polvo.

Siempre se obtiene mayor proporción de ácido maslínico por ser más insoluble en el aceite.

25

2- Aprovechamiento de los subproductos de la destilación: obtención del concentrado bioactivo

Del destilado [3] obtenido en la etapa (c2) y mediante una tercera destilación se obtiene la fracción más volátil [5] y un concentrado en materia insaponificable [6]. En este proceso se utiliza una destilación en recorrido corto de alto vacío (0.1-0,001 mbar), o una destilación molecular, con temperaturas de trabajo inferiores a 215°C, obteniéndose fracciones que están enriquecidas en determinados compuestos bioactivos. Las condiciones de operación se ajustan según la calidad del destilado [3] obtenido.

35 a) la fracción más volátil, denominada destilado [5], se caracteriza por un contenido en ésteres de ácidos grasos con alcoholes lineales de cadena corta, escualeno y ácidos grasos libres, en proporciones variables.

b) la fracción menos volátil, denominada concentrado [6], tiene un contenido en materia insaponificable superior al 15%, constituida mayoritariamente por escualeno y esteroides, y Presenta un gran potencial industrial, con aplicación inmediata en alimentación humana y animal, así como en farmacología y cosmética, sea en su forma íntegra, o concentrado o diluido en su totalidad o fracciones, o eliminando fracciones, que serán objeto de reivindicaciones en la formulación de la patente.

45 Ambas fracciones pueden ser sometidas posteriormente a tratamientos para el aislamiento de los distintos compuestos.

Ejemplos de realización de la invención

50 Las principales características del proceso pueden materializarse de varias formas, sin que ello menoscabe el alcance de la invención

55 Etapa 1

Obtención de aceite de orujo de oliva con alto contenido en ácidos triterpénicos apto para el consumo

1.1 Filtración

60 En primer lugar, se llevó a cabo la filtración del aceite de orujo de oliva crudo obtenido por centrifugación. La filtración se realizó a 40°C usando secuencialmente filtros de celulosa de diámetro de poro descendente: 20 micras, 10 micras, 5 micras, 1 micra y 0,1 micras. La Tabla 1 resume las características del aceite inicial y el aceite filtrado.

65

ES 2 332 977 B1

TABLA 1

Características del aceite inicial y después de ser sometido a filtración

	ACEITE INICIAL	ACEITE FILTRADO		ACEITE INICIAL	ACEITE FILTRADO
ACIDEZ (% ác. oléico)	10.50	10.15	Acidos triterpénicos		
Estabilidad (h)	35	32	Maslínico (ppm)	6352	1363
INSAPONIFICABLE (%)	2.40	2,18	Oleanólico (ppm)	4255	3395
Ceras (ppm)	3500	3298	Eritrodiol +Uvaol (ppm)	388	350
Alcoholes Aiifáticos (ppm)	3704	3500	Tocoferoles (ppm)	350	345
Esteroles Totales (ppm)	4136	3040			
<i>Composición Porcentual</i>					
Colesterol (%)	0.1	0.1	□-Sitosterol (%)	94.7	94.9
Campesterol(%)	3.0	3.0	□7-Stigmasterol (%)	0.5	0.5
Stigmasterol (%)	1.2	1.2	□7-Avenasterol (%)	0.2	0.2
Ácidos Grasos					
Ac. Palmítico (%)	8.16	8.16	Ac. Linolenico (%)	0.75	0.82
Ac. Palmítoleico (%)	0.46	0.50	Ac. Araquico (%)	0.48	0.45
Ac. Estearico (%)	3.52	3.33	Ac. Gadoléico (%)	0.36	0.35
Ac. Oleico (%)	74.65	74.16	Ac. Behenico (%)	0.16	0.15
Ac. Linoleico (%)	10.37	10.65	Ac. Lignocerico (%)	0.07	0.09

1.2 Decoloración

Al aceite filtrado obtenido, se añadió un 2% en peso de tierra decolorante, que contiene un 0.2% de carbón activo (Tonsil 4121 FF, SüdChemie, Alemania), y 0,1% TRISYL (GRACE, EEUU), y se elevó la temperatura hasta 110°C, manteniéndose en estas condiciones 20 minutos a vacío de 40 mbar. Seguidamente, el aceite se filtró en un filtro prensa de laboratorio con placas de Teflón de 10x10 cm y filtro de papel.

1.3 Primera destilación

El aceite decolorado se sometió a una primera destilación de ésteres de ácidos grasos con alcoholes de cadena corta y ácidos grasos libres, a temperatura de inferior a 190°C y vacío de 4.5 mbar en un destilador tipo capa fina sin arrastre de vapor o nitrógeno. Se obtuvo un aceite con acidez 2.6% de ácido oléico y un destilado [2].

ES 2 332 977 B1

1.4 Segunda destilación

Se procedió a una segunda destilación del aceite producto del tratamiento anterior para separar los restantes ácidos grasos libres, a temperatura de 230°C y vacío de 0.5 mbar en un destilador tipo capa fina sin arrastre de vapor o nitrógeno. (Tabla 2). Se obtuvo un aceite de baja acidez, 0.5% de ácido oleico, y un destilado [3] concentrado en ácidos grasos libres, ésteres de ácidos grasos con alcoholes de cadena corta, y materia insaponificable, particularmente escualeno y esteroides.

TABLA 2

Principales características del aceite antes y después de ser sometidos a sucesivas destilaciones

Principales características físico –químicas de los aceites				
Cond. Operación	Acidez (% ác.oleico)	Insaponificable (%)	Rancimat (h)	Tocoferol (ppm)
Decolorado	10.15	2.45	20.0	339
1ª DESTILACIÓN				
190°C, 4.5 mbar	2.60	1.58	19.3	153
2ª DESTILACIÓN				
230°C, 0.5 mbar	0.45	1.50	23.5	156

1.5 Desodorización y estabilización

Se llevó a cabo la desodorización y estabilización del aceite obtenido en el tratamiento anterior mediante destilación a vacío de 2 mbar y a una temperatura de 215°C, con arrastre de vapor. Se obtuvo un aceite [4] con un contenido en ácidos triterpénicos de 900 ppm y apto para el consumo, cuyas características se muestran en la siguiente Tabla 3.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 332 977 B1

TABLA 3

Características del aceite de orujo de oliva con alto contenido en ácidos triterpénicos apto para el consumo

ACEITE Desodorizado FINAL [4]			
ACIDEZ (% ác. oléico)	0.43	Ácidos triterpénicos (ppm)	903
Estabilidad (h) Rancimat 110°C	25	Maslínico (ppm)	310
Índice de Peróxidos (meq O ₂ /kg)	0.2	Oleanólico (ppm)	593
INSPONIFICABLE (%)	1.40		
Ceras (ppm)	3710	Tocoferoles (ppm)	150
Alcoholes Alifáticos (ppm)	2940	Eritrodiol +Uvaol (ppm)	354
Esteroles Totales (ppm)	1959		
Colesterol (%)	0.3	b-Sitosterol (%)	94.5
Campesterol (%)	3.0	D7-Stigmasterol (%)	0.5
Stigmasterol (%)	1.0	D7-Avenasterol (%)	0.7
Ácidos Grasos			
Ac. Palmítico (%)	8.16	Ac. Linolenico (%)	0.75
Ac. Palmítoleico (%)	0.46	Ac. Araquico (%)	0.48
Ac. Estearico (%)	3.52	Ac. Gadoléico (%)	0.36
Ac. Oleico (%)	74.65	Ac. Behenico (%)	0.16
Ac. Linoleico (%)	10.37	Ac. Lignocerico (%)	0.07

Etapa 2

Aprovechamiento de los subproductos

2.1. *Proceso de obtención del concentrado en ácidos triterpénicos*

El proceso de obtención del concentrado de ácidos triterpénicos se realizó utilizando para la extracción sólido-líquido un extractor sohxlet de 2 kg de capacidad del recipiente de sólidos y 20 l de capacidad del matraz de líquidos.

En primer lugar, los filtros de celulosa de 10 micras, 5 micras, 1 micra y 0.1 micras se introdujeron en el recipiente para sólidos y se sometió primero a una extracción con hexano de los compuestos no polares, durante 4 horas. El extracto obtenido arrastraba compuestos insolubles en hexano por lo que a continuación se procedió a la clarificación mediante filtración o centrifugación del extracto, y se consiguió un sólido que se une al concentrado obtenido en el siguiente paso.

A continuación, los compuestos retenidos en los filtros se extrajeron con etanol durante 8 horas y el extracto obtenido se sometió a un secado a vacío hasta obtener un concentrado en forma de polvo.

ES 2 332 977 B1

Se obtuvo un concentrado [1] con un 60% de ácidos terpénicos, correspondiendo el 40% al ácido maslínico y el 20% al ácido oleanólico.

2.2. Proceso de obtención del concentrado bioactivo

Los destilados obtenidos se caracterizaron por su contenido elevado en ésteres no glicerídicos de ácidos grasos con alcoholes de cadena corta como son etílico y metílico superior al 10% y un contenido en ácidos grasos libres próximo al 50%.

La fracción Destilado [2] se compone principalmente de ácidos grasos libres (73,33%), y ésteres de ácidos grasos con alcoholes de cadena corta (16,85%), y una pequeña proporción de materia Insaponificable (0,88%).

Del destilado [3] se obtuvo la fracción más volátil, destilado [5], y una fracción menos volátil, concentrado en materia insaponificable [6]. En este proceso se utilizó una destilación en recorrido corto de alto vacío (0.01 mbar) a 210°C obteniéndose dos fracciones que están enriquecidas en determinados principios activos (Tabla 4). La fracción insaponificable presente en la fracción más volátil está constituida fundamentalmente por escualeno mientras que la menos volátil está enriquecida en esteroides.

TABLA 4

Composición del destilado (3) y de las fracciones obtenidas del mismo

	INICIAL [DESTILADO 3]	Fracción volátil Destilado [5]	Fracción no volátil Concentrado bioactivo [6]
Esteres no glicerídicos totales	11,1 %	17,8%	0,7%
Acidez (ácido oleico)	47,5 %	69,3%	15.4%
Materia Insaponificable	13,8 %	6,6%	20.0%

Referencias

- Antonopoulos, K., Valet, N., Spiratos, D., Siragakis, G. (2006) Procesado de aceite de oliva y aceite de orujo. *Grasas y Aceites* 57, 56-67.

- Artacho, A (1994) Procedimiento para la extracción de aceite de orujo de oliva sin utilización de disolventes orgánicos. Patente N° ES2048667.

- Bondioli, P.; Mariani, C.; Lanzani, A.; Fedeli, E.; Mossa, A.; Muller, A. (1992) Lampante olive oil refining with supercritical carbon dioxide. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 69, 477-480.

- Braga, F.; Ayres-Saraiva, D.; Gatas, C. R.; Capella, M. A. M. (2007) Oleanolic acid inhibits the activity of the multidrug resistance protein ABCC1 (MRP1) but not of the ABCB1 (p-glycoprotein): Possible use in cancer therapy. *Cancer Letters* 248, 147-152.

- De Greyt, W.; Kellens, M. (2000) Refining Practice. In *Edible oil Processing*. W. Hamm and R. J. Hamilton (Editors). - *Sheffield Academic Press*, Sheffield, Inglaterra pp. 90-105.

- Fernández-Navarro, M.; Peragón, J.; Estebán, F.J.; Higuera, M.; Lupiáñez, A. (2006) Maslinic acid as a feed additive to stimulate growth and hepatic protein-turnover rates in rainbow trout (*Onchorhynchus mykiss*). *Comparative Biochem. Physiol. Part C*. 144, 130-140.

- García, A.; Brenes, M.; Dobarganes, C.; Romero, C.; Ruiz-Méndez, M.V. (2008) "Enrichment of pomace olive oil in triterpene acids during storage of "Alpeorajo" olive paste" *Eur. J. Lipid Sci. Tech.* Aceptado para su publicación.

ES 2 332 977 B1

- **García-Granados, A.; Martínez, A.; Parra, A.; Rivas, F.** (1998) PCT Int. Appl. WO 043331/1998 (*Chem. Abstr.* 1998, 128, 179706).

5 - **Horiuchi, K.; Shiota, S.; Hatano, T.; Yoshida, T.; Kuroda, T.; Tsuchiya, T.** (2007) Antimicrobial activity of oleanolic acid from *Salvia officinalis* and related compounds on vancomycin-resistant enterococci (VRE). *Biol. Pharm. Bull.* 30, 1147-1149.

- **Huesa, J.; Dobarganes, M.C.** (1990) Patente ES 2.013.206. *Chem. Abstr.*, 113, 1744-1764.

10 - **Kuno, N.; Shinohara, G.** (2003) Method for the preparation of oleanolic acid and/or maslinic acid. Patente N° US 0171613 A1.

- **Lanzani, A.; Bondioli P.; Allevi C.; Baretteau P.; Bertini C.G.** (1988) Un impianto di distillazione con caratteristiche innovative nella tecnologia di raffinazione di olio di sansa Riv. Ital. Sostanze Grasse 65, 439-443.

15 - **León-Camacho, M.; Viera-Alcaide, I.; Ruiz-Méndez, M.V.** (2003) Elimination of polycyclic aromatic hydrocarbons by bleaching of olive pomace oil. *Eur. J. Lipid Sci. Tech.* 105, 9-16.

20 - **Liu, J.; Liu, Y.; Parkinson, A.; Klaassen C. D.** (1995) Effect of oleanolic acid on hepatic toxicant-activating and detoxifying systems in mice. *J. Pharmacol. Exp. Ther.* 257, 768.

- **Márquez-Martín, A.; Puerta, R.; Fernández-Arche, A.; Ruiz-Gutiérrez, V.; Yaqoob P.** (2006). Modulation of cytokine secretion by pentacyclic triterpenes from olive pomace oil in human mononuclear cells. *Cytokine* 36, 211-217.

25 - **Martín, R.; Carvalho, J.; Ibeas, E.; Hernández, M.; Ruiz-Gutiérrez, V.; Nieto, M. L.** (2007) Acidic triterpenes compromise growth and survival of astrocytoma cell lines by regulating reactive oxygen species accumulation. *Cancer Res.* 67, 3741-3751.

30 - **Pérez-Camino, M. C.; Cert, A.** (1999) Quantitative determination of hydroxyl pentacyclic triterpene acids in vegetable oil. *J. Agric. Food Chem.* 47, 1558-1562.

- **Sánchez-Moral, P.; Ruiz-Méndez M.V.** (2006) Obtención de aceite de orujo. *Grasas y Aceites* 57, 47-55.

35 - **Sato, H.; Genet, C.; Strehle, A.; Thomas, C.; Lobstein, A.; Wagner, A.; Mioskowski, C.; Auwerx, J.; Saladin, R.** (2007) Anti-hyperglycemic activity of a TGR5 agonist isolated from *Olea europaea*. *Biochem. Biophys. Res. Commun.* 2007, 362, 793-798.

40 - **Servege, A.** (1983) Difficulties in Physical Refining of Olive oil due to presence of Triterpene "oleanolic acid. *J Am Oil Chem Soc.* 60, 584-587.

- **Sjöberg, P.** (1991) Deodorization technology. *Lipid Technol.*, 3, 52-57.

45

50

55

60

65

ES 2 332 977 B1

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de refinación de aceite de orujo crudo de oliva obtenido mediante centrifugación o decantación del orujo **caracterizado** porque comprende una etapa a) de filtración del aceite de orujo crudo de oliva de partida que se lleva a cabo a través de filtros con una luz comprendida entre el intervalo de 0,1 a 20 micras y a temperatura inferior a 70°C, preferentemente entre 35-45°C.
- 10 2. Procedimiento según reivindicación 1 **caracterizado** porque comprende adicionalmente una etapa b) de decoloración del aceite filtrado en la etapa anterior a una temperatura comprendida en el intervalo entre 80 y 120°C, a una presión inferior a 70 mbar, preferentemente 40 mbar, y los siguientes pasos:
- 15 b1) adicción de coadyuvantes tecnológicos,
- 15 b2) agitación de la mezcla del aceite con los coadyuvantes tecnológicos, preferentemente durante un máximo de 30 minutos y,
- 20 b3) filtración para retirar los coadyuvantes añadidos.
- 3 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2 **caracterizado** porque comprende adicionalmente una etapa c) de destilación del aceite decolorado obtenido en la etapa anterior.
- 25 4. Procedimiento según la reivindicaciones 3 **caracterizado** porque la etapa c) comprende una o más destilaciones.
- 5 5. Procedimiento según la reivindicación 4 **caracterizado** porque la etapa c) comprende preferentemente 2 destilaciones.
- 30 6. Procedimiento según las reivindicaciones 3 a 5 **caracterizado** porque la primera destilación (c1) se lleva a cabo a temperatura inferior a 200°C y presión inferior a 10 mbar.
- 7 7. Procedimiento según las reivindicaciones 3 a 5 **caracterizado** porque la segunda destilación (c2) se lleva a cabo a temperatura inferior a 250°C y presión inferior a 5 mbar.
- 35 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 **caracterizado** porque comprende adicionalmente una etapa d) de destilación a temperatura inferior a 220°C y presión inferior a 3 mbar y con arrastre de vapor.
- 40 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 **caracterizado** porque comprende adicionalmente una etapa e) de destilación molecular o en recorrido corto a una temperatura inferior a 215°C y a una presión comprendida entre 0,1 y 0,001 mbar.
- 45 10. Procedimiento según reivindicación 1 **caracterizado** porque comprende adicionalmente una etapa f) de extracción sólido-líquido con disolventes orgánicos, preferentemente hexano y etanol.
- 50 11. Concentrado [1] obtenido por aplicación del procedimiento según reivindicaciones 1 y 10 **caracterizado** porque presenta una concentración de ácidos triterpénicos superior al 20%.
- 55 12. Concentrado según reivindicación 12 **caracterizado** porque presenta una mayor proporción de ácido maslínico que de ácido oleanólico.
- 60 13. Destilado [2] obtenido por aplicación del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 **caracterizado** porque presenta una concentración de ácidos grasos libres mayor del 60% y de ésteres etílicos totales mayor del 10%.
- 65 14. Destilado [3] obtenido por aplicación del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 **caracterizado** porque presenta una concentración de ácidos grasos libres mayor del 30% y de ésteres etílicos totales mayor del 5%.
15. Aceite de orujo de oliva refinado [4] obtenido por aplicación del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 **caracterizado** porque presenta una concentración de ácidos triterpénicos superior a 150 ppm.
16. Destilado [5] obtenido por aplicación del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 **caracterizado** porque contiene, al menos, ésteres de ácidos grasos con alcoholes lineales de cadena corta, escualeno y ácidos grasos libres.
17. Concentrado [6] obtenido por aplicación del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 **caracterizado** porque presenta un contenido en materia insaponificable superior al 15%.

ES 2 332 977 B1

18. Uso del concentrado [1] según las reivindicaciones 11 y 12 en el campo de la alimentación, preferentemente como suplemento alimentario.

5 19. Uso del destilado [2] según reivindicación 13 en el campo de la bioenergética, preferentemente destinado a la obtención de biodiesel, y en el campo de la oleoquímica, preferentemente para la obtención de ácidos grasos, como oleico y esteárico.

10 20. Uso del destilado [3] según reivindicación 14 en alimentación humana y animal, así como en farmacología, oleoquímica y cosmética, sea en su forma íntegra, o concentrado o diluido en su totalidad o fracciones, o eliminando fracciones.

21. Uso del aceite de orujo de oliva refinado [4] según reivindicación 15 en alimentación humana, de forma directa, así como en farmacología, en su forma íntegra o diluido o concentrado en otros componentes funcionales.

15 22. Uso del destilado [5] según reivindicación 16 en alimentación humana y animal, así como en farmacología y cosmética, en su forma íntegra, o concentrado o diluido en su totalidad o fracciones, o eliminando fracciones.

20 23. Uso del concentrado [6] según reivindicación 17 en alimentación humana y animal, así como en farmacología y cosmética, sea en su forma íntegra, o concentrado o diluido en su totalidad o fracciones, o eliminando fracciones.

25

30

35

40

45

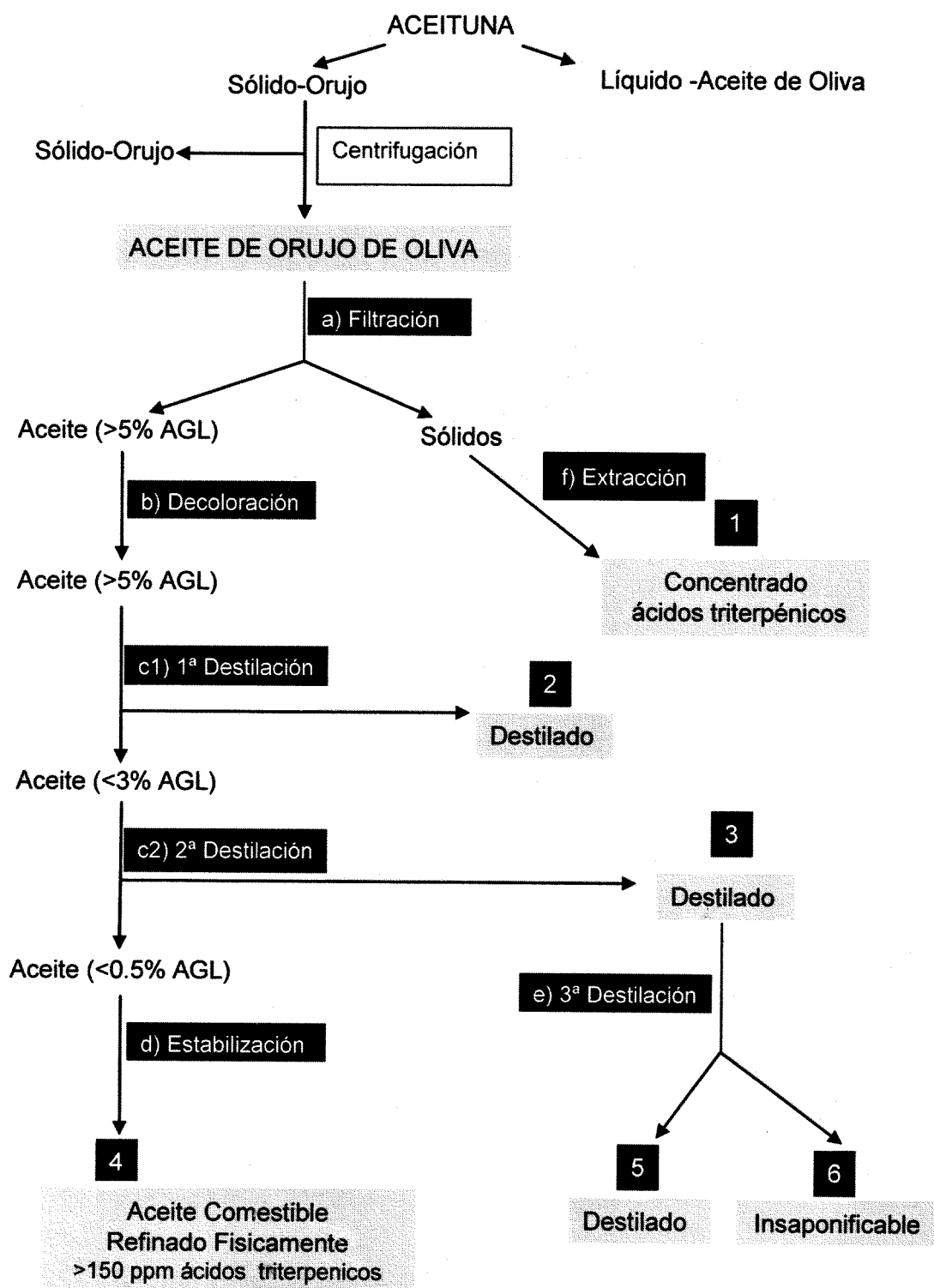
50

55

60

65

FIGURA 1





OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 332 977

② Nº de solicitud: 200802178

③ Fecha de presentación de la solicitud: **22.07.2008**

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	Consejo Oleícola Internacional: "Guía de Gestión de la Calidad de la Industria del Aceite de Oliva: Las Refinerías" T.33-1/Doc. nº 2-2 (2006), todo el documento, en particular pp.: 14-17.	1-3
Y	YAGÜE AYLÓN, M.A.: "Estudio de Utilización de Aceites para Fritura en Establecimientos Alimentarios de Comidas Preparadas", (2003) Observatori de la Seguretat Alimentària, Escola de Prevenció i Seguretat Integral, UAB, Bellaterra, p. 10.	1-3
A	ANTONOPOULOS, K. et al.: "Olive Oil and Pomace Olive Oil Processing", Grasas y Aceite (2006), vol. 57 (1), pp.: 56-67, ISSN: 0017-3495, todo el documento.	1-23
A	RUÍZ-MÉNDEZ, M.V. et al.: "Olive Oil and Olive Pomace Oil Refining", Oleagineux, Corps Gras, Lipides (1999), vol. 6(1), pp.: 56-60, ISSN: 1258-8210, todo el documento.	1-23
A	RUÍZ-MÉNDEZ, M.V. et al.: "Characterization and Chemometric Study of Crude and Refined Oils from Table Olive By-Products", Eur. J. Lipid Sci. Technol. (junio 2008), vol. 110, pp.: 537-546, todo el documento.	1-23
A	GB 0707455 A (METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT) 21.04.1954	
A	GB 1486795 A (THE NISSHIN OIL MILLS. LTD) 21.09.1977	

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

29.01.2010

Examinador

A. Maquedano Herrero

Página

1/4

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C11B 3/12 (2006.01)

C11B 13/00 (2006.01)

A23D 9/00 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C11B, A23D

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, BIOSIS, FSTA, CA

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 29.01.2010

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-23	SÍ
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 4-23	SÍ
	Reivindicaciones 1-3	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión:

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

1. Documentos considerados:

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	Consejo Oleícola Internacional: "Guía de Gestión de la Calidad de la Industria del Aceite de Oliva: Las Refinerías" T.33-1/Doc. nº 2-2.	2006
D02	YAGÜE AYLÓN, M.A.: "Estudio de Utilización de Aceites para Fritura en Establecimientos Alimentarios de Comidas Preparadas"	2003

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La solicitud reivindica un procedimiento de refinación de aceite de orujo crudo de oliva. El procedimiento consta, al menos, de una filtración, una decoloración y una destilación, tal y como consta en las tres primeras reivindicaciones. En las siguientes reivindicaciones, el procedimiento se complica con posibles destilaciones adicionales y/o extracciones químicas. La solicitud reivindica, asimismo, los productos obtenidos mediante este procedimiento (aceite de orujo y concentrados ricos en triterpenos), y su uso posterior.

D01 describe las etapas habituales en el refinado físico de aceites comestibles. Estas etapas son lavado, decoloración, desodorización y filtración. La etapa de lavado consiste en adición de agua, homogeneización y centrifugación para eliminar las posibles impurezas del aceite. La decoloración se realiza mediante la adición de un pequeño porcentaje de tierra decolorante al aceite, con objeto de eliminar los pigmentos; posteriormente se somete el conjunto a filtración. La desodorización consiste en una destilación del producto de la fase anterior.

D02 da cuenta de las operaciones habituales en la refinación de aceites. Explica que la primera fase del procedimiento es una clarificación por un proceso mecánico. Este proceso mecánico puede ser indistintamente, sedimentación, centrifugación o filtración.

De esta manera, se da a entender que, aunque en el procedimiento de la solicitud se utiliza como sistema de clarificación la filtración, sería obvio para un experto en la materia, sustituir dicha filtración por una centrifugación. Tal y como se reivindica el procedimiento de la solicitud en las reivindicaciones 1-3, éste no aportaría un efecto sorprendente o inesperado sobre lo ya conocido en el estado de la técnica anterior (D01 y D02). Por todo ello, se considera que aunque las reivindicaciones 1-23 sí que cumplen el requisito de novedad, las reivindicaciones 1-3 no cumplen el requisito de actividad inventiva.