



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-198109- -00000-0000

Fecha: 2013-08-21 14:39:55 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 36

Industria

SUPERINTENDENCIA

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No.

54. TITULO: COMPOSICION DE FLUIDO ACARREADOR QUE COMPRENDE ETIL ÉSTERES DE ÁSIDOS GRASOS Y PROCESO PARA LA REDUCCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS PERSISTENTES EN ACEITE DE PESCADO

51. CLASIFICACION INTRNACIONAL C11B 3/00

71. SOLICITANTE: NATURALIS S.A.

DOMICILIO: Santiago, Chile.

74. APODERADO SILVANA MARIA LÓPEZ DÍAZ

22. BOGOTÁ, D.C.,

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 13-198109- -00000-0000 Fecha: 2013-08-21 14:39:55 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI Act. 411 PRESENTACION Folios: 36	radicación
--	---	------------

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL – PCT

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I	☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)		
Solicitud Internacional No. PCT/IB2012/055461 Fecha 09 de Octubre de 2012			
Publicación Internacional No. WO 2013/102800 A1 Fecha 11 de Julio de 2013			
3	TÍTULO DE LA INVENCIÓN (200 caracteres o espacios máximos)		
COMPOSICION DE FLUIDO ACARREADOR QUE COMPRENDE ETIL ÉSTERES DE ÁSIDOS GRASOS Y PROCESO PARA LA REDUCCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS PERSISTENTES EN ACEITE DE PESCADO			
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP) C11B 3/00		
5	SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN
NATURALIS S.A.			
6	DATOS DEL SOLICITANTE		
DIRECCIÓN: 6000, Eduardo Frei Montalva Qulicura CORREO ELECTRONICO:			
CIUDAD: Santiago, LUGAR DE CONSTITUCIÓN: Chile			
PAÍS DE RESIDENCIA: Chile			
7	INVENTOR (ES)		
APELLIDOS		NOMBRES	NACIONALIDAD
1. HARTING GLADE,		Thomas	Chileno
2. FUENZALIDA DIAZ,		Miguel Angel	Chileno
3. MARKOVITS ROJAS,		Alejandro.	Chileno
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO:			
8	DATOS INVENTOR (ES)		
DIRECCIÓN		CIUDAD	ESTADO
1. 6000, Eduardo Frei Montalva Qulicura		Santiago,	
2. 6000, Eduardo Frei Montalva Qulicura		Santiago,	
3. 6000, Eduardo Frei Montalva Qulicura		Santiago,	
			PAÍS RESIDENCIA
			Chile
			Chile
			Chile
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)			
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja a continuación.			
9	☐ REPRESENTANTE LEGAL ☒ APODERADO		
APELLIDOS		NOMBRES	IDENTIFICACIÓN
LÓPEZ DÍAZ		SILVANA MARIA	C.C. 22.468.787 T.P. 147463 CSJ
DIRECCIÓN	Cra. 11 No. 86 – 53, Piso 6	No. TELÉFONO	6181088
CIUDAD	Bogotá, D.C.	CORREO ELECTRÓNICO	notificaciones@clarkemodet.com.co.
PAÍS	Colombia		
10	DECLARACIONES DE PRIORIDAD ☒ SI ☐ NO		
(33) PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO
Estados Unidos de América		US	13/343.348
			(32) FECHA AAA/MM/DD
			2012/01/04

11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS		
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.			
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES		
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado, o número de registro expedido por la Autoridad competente.			
13	REDUCCIÓN DE TASAS		
Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐			
Universidades públicas o privadas ☐			
Entidades sin ánimo de lucro ☐			
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos			
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☐ SI ☐ NO		
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.			
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	Nº 13-0077578	Fecha 05/08/2013
16	FIRMA DEL APODERADO :		
SILVANA MARIA LÓPEZ DÍAZ C.C. 22.468.787 T.P. 147463 CSJ			
17	ANEXOS		
Documentación Técnica Solicitud Internacional en castellano		Documentación Jurídica	
1. ☒ Descripción Nº de folios: 26		9. ☐ Poderes, si fuera el caso y Sustitución	
2. ☒ Reivindicaciones Nº Reivindicaciones: 17		10. ☐ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante.	
3. ☐ Dibujos y/o figuras Nº folios:		11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso.	
4. ☒ Resumen.		12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso.	
5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso.		13. Reducción de tasas	
6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso.		Micro, pequeñas o medianas empresas	
7. ☐ Arte final 12 x 12.		☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.	
8. ☐ Anexo formato digital.		☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.	
		Universidades públicas o privadas	
		☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación	
		Entidades sin ánimo de lucro	
		☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.	
		☐ Hoja de información complementaria.	
		☐ Otros, especificar	
		14. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.	
		15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.	
		16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.	
		17. ☒ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.	

MEMORIA DESCRIPTIVA

Estado de la técnica.

Los aceites de pescado son importantes fuentes de compuestos nutricionalmente valiosos tales como los ácidos grasos poli-insaturados ω -3 EPA y DHA. No obstante muchos aceites de pescado comerciales contienen una considerable cantidad de contaminantes denominados en forma genérica Contaminantes Orgánicos Persistentes, conocidos también por sus siglas en inglés como POPs o Persistent Organic Pollutants son compuestos químicos orgánicos lipofílicos, persistentes en el medio ambiente y que se acumulan en la cadena alimenticia especialmente en los tejidos adiposos y aceites de organismos marinos incluyendo mamíferos marinos. La toxicidad y biomagnificación de los POPs en el medio ambiente marino se encuentra bien caracterizada.

De acuerdo con la Convención de Estocolmo, entre las sustancias que se consideran como POPs se encuentran los pesticidas organoclorados como Aldrin, Dieldrin, Clordano, DDT, Endrin, Heptacloro, Mirex, Toxafenos, los productos químicos industriales como PCBs (bifenilos poli-clorados), HCB (hexaclorobenceno) y los subproductos en la elaboración de otros productos químicos como dibenzodioxinas y dibenzofuranos. En adición a los POPs existen otros contaminantes potencialmente tóxicos que persisten en el medio ambiente pero que no se encuentran en la lista de POPs de la Convención de Estocolmo. Estos contaminantes se denominan como Sustancias Tóxicas Persistentes (PTs) e incluyen PAHs (hidrocarburos aromáticos poli-cíclicos), ésteres de ftalato, PBDEs (difenilésteres poli-bromados) utilizados como retardantes de combustión, PCNs (naftalenos poli-clorados), BPA (bisfenol A), alquilfenoles, y también metales como mercurio, cadmio, plomo, arsénico. Hoy en día es común que muchos aceites de pescado, tanto aceites crudos como refinados contengan decenas de compuestos orgánicos contaminantes entre los diferentes tipos de POPs, PTs y sus congéneres.

Para poder utilizar estos aceites de pescado como fuentes de EPA y DHA o para la elaboración de concentrados de EPA y DHA con fines nutraceuticos o farmaceuticos, es necesario reducir los niveles de POPs y PTs en el aceite de pescado hasta al menos los máximos niveles permitidos por las regulaciones existentes sin alterar los niveles de los compuestos nutricionalmente valiosos y sin afectar la estabilidad oxidativa del aceite. Se han divulgado numerosos procesos cuya finalidad es la reducción de los niveles de contaminantes orgánicos en el aceite pescado. Los procesos incluyen adsorción con carbón activo, destilación con arrastre de vapor, destilación a vacío con y sin un fluido acarreador. Sin embargo, la gran cantidad y variedad de contaminantes que pueden estar presentes en la materia prima de aceite pescado constituye un desafío significativo.

En US 6.469.187, por ejemplo, se divulga un proceso para la obtención de un aceite marino con reducido contenido de dioxinas policloradas, furanos, bifenilos e hidrocarburos

aromáticos poli-cíclicos mediante el uso de carbón activo. No obstante, la mayoría de los aceites marinos contienen muchas otras clases de contaminantes también, entre ellos retardantes de combustión (PBDEs), pesticidas clorados como hidrocarburos y canfenos clorados (toxafenos), y el proceso con carbón activo divulgado en US 6.469.187 prácticamente no tendría efecto sobre la reducción de los PBDEs.

Se conocen también procesos de destilación al vacío para disminuir la cantidad de contaminantes ambientales. Este tipo de proceso típicamente consiste en adicionar al aceite contaminado un fluido acarreador o fluido de trabajo y luego someter la mezcla a destilación al vacío. Se conocen numerosos procesos para la producción de concentrados de etil ésteres de ácidos grasos poli-insaturados desde aceite de pescado, resultando en una variedad de sub-productos o fracciones de destilado de etil ésteres de diferente composición. EP 1523541 B1, por ejemplo, divulga un proceso de destilación al vacío donde el fluido acarreador es una mezcla de etil o metil ésteres de ácidos grasos generada como sub-producto o fracción de destilado de la producción de concentrados de etil ésteres de ácidos grasos poli-insaturados de aceite de pescado. El fluido acarreador es la fracción liviana resultante de la destilación de aceite de pescado transesterificado con alcohol etílico, y contiene ácidos grasos C14 o C16 y ácidos grasos C18. Esta fracción contiene típicamente no más de 50% de ésteres de ácidos grasos insaturados.

Se conocen numerosos procesos para la producción de concentrados de etil ésteres de ácidos grasos poli-insaturados de aceite de pescado, lo que origina una variedad de sub-productos o fracciones de destilado de etil ésteres de diferente composición. Además, diferentes composiciones de etil ésteres de ácidos grasos se pueden formular a partir de ésteres de ácidos grasos individuales disponibles comercialmente o partir de etil ésteres preparados usando ácidos grasos libres y etilando dichos ácidos grasos. La formulación de mezclas de ésteres a partir de ésteres individuales tiene la ventaja que no está restringida a mezclas de composiciones predeterminadas por la naturaleza del aceite del que se derivan.

No obstante para la remoción de POPs mediante destilación a vacío de aceites de pescado, que pueden contener varias decenas de diferentes contaminantes, la selección de un fluido acarreador eficiente es desafiada y complicada por (1) las variaciones en la lipofilicidad y solubilidad de los diferentes componentes de los POPs en el fluido acarreador y (2) por el amplio espectro de presiones de vapor de esos componentes. Por ejemplo entre los diferentes congéneres de PBCs existe una variación de presiones de vapor de 8 órdenes de magnitud a la temperatura ambiente (entre 10^{-12} a 10^{-4} mmHg) y para complicar aún más la posible selección de un fluido acarreador eficiente, las presiones de vapor a mayores temperaturas, las temperaturas de operación de las columnas de destilación, no se conocen, al igual que se desconocen sus respectivas solubilidades. Algo similar ocurre para todos los otros POPs y PTSs. Por lo tanto, sería deseable contar con una composición de fluido acarreador que sea adecuada para su uso

en procesos de destilación al vacío, y capaz de reducir la concentración de una amplia variedad de POPs y PTSs en el aceite de pescado a los niveles aceptables mediante un proceso económicamente eficiente.

Resumen.

La presente invención divulga composiciones de fluido acarreador y su utilización en procesos para la disminución de los niveles de contaminantes orgánicos persistentes, tales como policlorodibenzo-p-dioxinas (PCDDs), policlorodibenzo-p-furanos (PCDDF), policlorobifenilos (PCBs), poli-bromo difeniléteres (PBDEs), hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) y pesticidas como hidrocarburos clorados y toxafenos o canfenos clorados, en aceites de origen marino, tal como aceite de pescado. Las composiciones de fluido acarreador comprenden de 6 hasta 24 ácidos grasos esterificados. En las realizaciones, composiciones de fluido acarreador poseen un contenido de etil ésteres de ácidos grasos insaturados de al menos 75% en peso. En las realizaciones, composiciones de fluido acarreador contienen 0,1 a 10% en peso de Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9)), 0,1 a 20 % en peso de Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo- γ -linolénico (C20:3n6), 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3), y 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Docosaheptaenoico (C22:7n3).

Las composiciones de fluido acarreador divulgadas en la presente invención pueden también ser mezcladas con un ácido graso poli-insaturado, tal como el ácido eicosapentaenoico, para potenciar la eficiencia de la composición de fluido acarreador para la reducción de la concentración los POPs en aceites de origen marino. En las realizaciones, las composiciones de fluido acarreador comprenden de 0,5% a 5% en peso del ácido graso poli-insaturado.

También se divulga un proceso para la reducción de la concentración de POPs en el aceite de origen marino utilizando las composiciones de fluido acarreador. El proceso de destilación generalmente incluye contactar un aceite de origen marino con una composición de fluido acarreador de la divulgación para formar una mezcla; alimentar la mezcla a una columna de destilación, tal como una columna de destilación de senda corta, para generar un destilado que incluye los POPs; y coleccionar el residuo que comprende el aceite con una concentración de POPs reducida. Para la generación del destilado y del residuo la temperatura de evaporación de la columna de destilación puede estar entre 150 °C y 280 °C y la presión en la columna puede estar entre 0,001 y 0,5 mbar. En las realizaciones, la mezcla que se alimenta a la columna de destilación

comprende de alrededor de 10 % en peso de una composición de fluido acarreador de la divulgación.

Descripción detallada de la invención.

I. Definiciones

El término Contaminantes Orgánicos Persistentes o POPs, como aquí se utiliza, comprende tanto los compuestos incluidos en la Convención de Estocolmo como también los PTSs. Los POPs se pueden subdividir en dos grandes grupos: Hidrocarburos aromáticos poli-cíclicos o PAHs e Hidrocarburos halogenados. Estos últimos a su vez comprenden:

- dioxinas o poli-cloro dibenzo-p-dioxinas (PCDDs) con 75 congéneres de los cuales 7 son tóxicos, siendo el más tóxico el 2,3,7,8 tetraclorodibenzo-p-dioxina o 2,3,7,8 TCDD.
- poli-cloro dibenzo-p-furanos (PCDDF) con 135 congéneres de los cuales 10 son tóxicos.
- poli-cloro bifenilos o PCBs con 209 congéneres de los cuales 12 tienen estructura coplanar y son mono-orto o no orto sustituidos. Estos 12 exhiben toxicidad y se denominan PCBs similares a dioxina.
- poli-bromo difeniléteres (PBDEs) de los cuales hay tres tipos principales, penta, octa y deca PBDEs (aunque el grupo penta que es una mezcla de PBDEs con cuatro a seis átomos de bromo, y el grupo octa PBDE han sido prohibidos en la Unión Europea en 2004 de modo que se espera que el nivel de estas sustancias vaya desapareciendo del medio ambiente). Pueden existir hasta 209 congéneres. Para el Panel sobre Contaminantes en la Cadena Alimentaria EFSA (The European Food Safety Authority) los congéneres BDE-28, -47, -99, -100, -153, -154, -183 y -209 eran de interés primario, siendo la exposición dietaria mayor para BDE-47 y -209. La evaluación de riesgo se ha efectuado sólo con PBDE-99 encontrándose una Ingesta Diaria Tolerable de 2,3 pg/kg peso corporal por día.
- compuestos fluorados (PFAs).
- pesticidas como DDT, clordane, aldrin, dieldrin, endrin, heptacloro, mirex, toxafenos, hexaclorobenzeno.

Usualmente, los aceites de pescado no poseen exclusivamente un solo congener de PCDFs/PCDDs, PBDEs y PCBs, sino que normalmente se presentan en mezclas en diferentes cantidades y cada uno de ellos con diversas propiedades toxicológicas. En estos casos, el solo conocimiento de la concentración absoluta de cada isómero no proporciona mucha información cuantitativa sobre las características toxicológicas del conjunto de la muestra. Sólo se dispone de datos toxicológicos detallados de unos cuantos, en especial de la 2,3,7,8-TCDD, que ha sido la más estudiada.

Es por ello, que a fin de poder evaluar la toxicidad de mezclas de PCDFs/PCDDs, PCBs y PBDEs, y para expresarlas de una forma simple en función de cantidades de 2,3,7,8-TCDD se introdujeron los denominados Factores de Equivalencia Tóxica (FET). La utilización de estos factores presupone que la toxicidad es aditiva, de manera que se asume que la toxicidad total de una mezcla es igual a la suma de la toxicidad individual de cada uno de los isómeros y congéneres que la conforman. Con el objeto de evaluar la toxicidad individual se asigna a cada isómero un valor o factor de ponderación en relación a un isómero que se toma como referencia, la 2,3,7,8-TCDD, a la cual se le asigna un valor FET de 1. Al multiplicar cada una de las cantidades absolutas por el correspondiente factor se obtiene un valor de toxicidad equivalente (TEQ) que vendría a representar la cantidad de 2,3,7,8-TCDD que produciría los mismos efectos tóxicos que el isómero en cuestión. La suma de todas las cantidades equivalentes de 2,3,7,8-TCDD obtenidas para cada uno de los isómeros dará la cantidad total de 2,3,7,8-TCDD (TEQ total) que, toxicológicamente, es equivalente a la mezcla estudiada.

Existen diferentes Factores de Equivalencia Tóxica propuestos por algunos organismos que se diferencian en el sistema de ponderación que aplican a cada isómero o congéner. De todos ellos el más comúnmente empleado es el que se denomina Factor de Equivalencia Tóxica Internacional (I-TEF). Además existe un factor específico para productos alimenticios que se refiere a dioxinas y PCBs similares a dioxinas (Reglamento (CE) N° 199/2006 de la Comisión de las Comunidades Europeas) que se muestra en la Tabla 1. La utilidad de expresar los resultados de un análisis en TEQs radica en que a través de un valor numérico se puede expresar el grado de toxicidad de una mezcla compleja de PCDFs/PCDD, PCBs y en consecuencia, sirve como base de comparación entre muestras diferentes.

Tabla 1: Factor de Equivalencia Tóxica Internacional

Congéneres	Valor FET	Congéneres	Valor FET
Dibenzo-P-dioxinas (PCDD)		PCB "similares a las dioxinas"	
2,3,7,8-TCDD	1	PCB no-orto + PCB mono-orto	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB no-orto	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Dibenzofuranos (PCDF)		PCB mono-orto	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001

1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		
Abreviaturas: "T" = tetra; "Pe" = penta; "Hx" = hexa; "Hp" = hepta; "O" = octa: "CDD" = clorodibenzodioxina; "CDF" = clorodibenzofurano; "CB" = clorobifenilo			

Conforme al Reglamento ((CE) No 199/2006) el máximo nivel de dioxinas [suma de poli-clorodibenzo-p-dioxinas (PCDD) y poli-clorodibenzofuranos (PCDF) expresada en equivalentes tóxicos de la Organización Mundial de la Salud (EQT-OMS), utilizando los factores de equivalencia tóxica de la misma organización (FET-OMS, 1997)] para aceite de pescado es 2 ng/kg y el máximo para la suma de dioxinas y de PCBs similares a la dioxinas es 10 ng/kg. En cambio para el Consejo de la Nutrición Responsable (CRN) para aceites de pescado el máximo nivel de dioxinas es 2 pg/g EQT-OMS (2 ng/kg), el máximo nivel de los PCBs que se expresa en una base peso/peso y debe incluir los congéneres 52, 101, 118, 138, 153 y 180, y es 0,09 mg/kg; y el máximo para PCBs similares a dioxina es 3 pg/g EQT-OMS (3 ng/kg) (manteniéndose 2 pg/g para la suma de dioxinas y furanos). Así mismo el CRN recomienda para plomo, cadmio, mercurio y arsénico inorgánico valores menores a 0,1 mg/kg.

Los límites máximos para pesticidas clorados en aceites de pescado varían desde 0,1 ppm para hexaclorobenceno hasta 2 ppb para aldrin. (FAO/OMS). Con respecto de los toxafenos o canfenos clorados el Anexo de la Directiva 2002/32 EC establece un máximo para todo tipo de producto alimentario de 0,1 mg/kg (basado en un contenido de humedad de 12%).

Entre los PAHs, el más estudiado y cancerígeno es el benzo(a)pireno (BaP) cuyo valor máximo según normas UE ((CE) No 208/2005) no debe exceder a 2 µg/kg en aceites y grasas para consumo humano, mientras que la suma de benzo(a)pireno, benzo(a)antraceno, benzo(b)fluoranteno y criseno no deben exceder los 10 µg/kg en los mismos productos. Se han propuesto diversos enfoques para establecer Factores de Equivalencia Tóxicos para PAHs en relación al más tóxico, siendo el factor de Nisbet-LaGoy uno de los más utilizados por aquellos versados en el área.

Como se utiliza en la presente invención, el término "aceites de pescado" se refiere a un aceite de origen marino incluyendo aceite de pescado, aceite de vísceras de pescado y aceites obtenidos de mamíferos marinos.

II. Modos para llevar a cabo la invención

La presente invención divulga composiciones de fluido acarreador y procesos para su utilización en la preparación de un aceite de origen marino, tales como aceite de pescado o aceite de vísceras de pescado, con un contenido reducido de contaminantes entre ellos

policlorodibenzo-p-dioxinas (PCDDs), policlorodibenzo-p-furanos (PCDDF), policlorobifenilos (PCBs), poli-bromo difeniléteres (PBDEs), hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) y pesticidas, tales como hidrocarburos clorados, canfenos clorados (toxafenos).

De manera inesperada, se ha encontrado que existen significativas diferencias en la eficiencia para la reducción de las concentraciones de los contaminantes en aceite de pescado entre diferentes composiciones de etil ésteres de ácidos grasos. Un fluido acarreador se considera que es más eficiente en comparación con otro si bajo las mismas condiciones de operación conduce a una mayor reducción de la concentración de POPs en el aceite. La composición y naturaleza de los etil ésteres usados como fluidos acarreadores para la reducción de la concentración de POPs en aceites de pescado influye en forma significativa sobre la magnitud de la reducción de las concentraciones de los de POPs en el aceite de pescado. Se ha encontrado que un fluido acarreador que comprende de 6 a 24 etil ésteres de ácidos grasos específicos, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos insaturados de al menos 75% en peso, es significativamente más eficiente para la reducción de las concentraciones de POPs en aceite de pescado comparado con las composiciones convencionales de fluido acarreador, tal como el fluido acarreador divulgado en EP 1523541 B1 que consiste de mezclas de etil ésteres generadas como sub-productos(fracciones de destilado) de un proceso regular para la producción de concentrados de etil ésteres de EPA y DHA, teniendo un contenido de etil ésteres de ácidos grasos insaturados del orden de 50% en peso o menos.

En un aspecto, la composición de fluido acarreador (FA1) comprende de 6 a 24 etil ésteres de ácidos grasos con un contenido de ésteres de ácidos grasos insaturados de al menos 75% en peso. Bajo las mismas condiciones de operación de destilación, FA1 reduce la concentración de una serie de POPs entre ellos dioxinas, furanos, pesticidas como hidrocarburos y canfenos clorados (toxafenos), PCBs, PBDEs y PAHs, en una extensión significativamente mayor que con fluidos acarreadores convencionales, tal como el fluido acarreador divulgado en EP 1523541 B1 que consiste en mezclas de etil ésteres generadas como sub-productos (fracciones de destilado) de un proceso regular para la producción de concentrados de etil ésteres de EPA y DHA. El fluido acarreador FA1 comprende al menos un etil éster de un ácido graso, donde dicho ácido graso es un ácido graso C20 o C22.

Realizaciones de la composición de fluido acarreador FA1 se muestran en la Tabla 2. En general, FA1 incluye etil ésteres de ácidos grasos que comprende de 6 a 24 de ácidos grasos esterificados y puede adicionalmente incluir la composición y rango de concentraciones en % en peso de la mezcla, que se indica en la Tabla 2. Preferentemente, FA1 comprende al menos 75% en peso de ésteres de ácidos grasos insaturados.

Tabla 2.

Componentes de FA1*	Rango de concentración (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	0 – 20
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	0 – 15
Etil éster del Ácido Palmitoleico (C16:1)	0 – 40
Etil éster del Ácido Esteárico (C18:0)	0 – 5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	0 – 30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	0 – 10
Etil éster del Ácido α-Linolénico (C18:3n6)	0 – 5
Etil éster del Ácido γ-Linolénico (C18:3n3)	0 – 5
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	0 – 15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	0 – 15
Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico C20:1n9)	0,1 – 10
Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo-γ-linolénico (C20:3n6)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico o Ácido Araquidónico (C20:4n6)	0 – 20
Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3)	0,1 – 80
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	0 – 5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	0 – 10
Etil éster del Ácido Erúico (C22:1n9)	0 – 20
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	0 – 20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	0 – 30
Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3)	0,1 – 80
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	0 – 5
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	0 – 5

* Entre paréntesis se muestra el número de carbonos y número de dobles enlaces del ácido graso esterificado y el nombre común de algunos de los ácidos grasos.

En una realización, la composición de fluido acarreador FA1 contiene 0,1 a 10% en peso de Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9)), 0,1 a 20% en peso de Etil

éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3), 0,1 a 20 % en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo-γ-linolénico (C20:3n6), 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3), y 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3).

En otra realización, la composición de fluido acarreador FA1 contiene 0,1 a 10% en peso de Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9)), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3), 0,1 a 20 % en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo-γ-linolénico (C20:3n6), 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3), y 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3) y al menos uno de los siguientes etil ésteres de ácido graso:

Etil éster de ácido graso	Máxima concentración en composición FA1 (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	20
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	15
Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	40
Etil éster del Ácido Estearico (C18:0)	5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	10
Etil éster del Ácido α- Linolénico (C18:3n6)	5
Etil éster del Ácido γ- Linolénico (C18:3n3)	5
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	15
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico o Ácido Araquidónico (C20:4n6)	20
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	10
Etil éster del Ácido Erúcico (C22:1n9)	20
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	30

Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	5
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Nervónico C24:1)	5

donde al menos 75 % en peso de la composición FA1 comprende ésteres de ácidos grasos insaturados.

En aún otra realización, la composición de fluido acarreador FA1 contiene 0,1 a 10% en peso de Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9)), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3), 0,1 a 20 % en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomog-linolénico (C20:3n6), 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3), y 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3) y al menos uno de los siguientes etil ésteres de ácido graso:

Etil éster de ácido graso	Rango de concentración en Composición FA1 (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	0,1 – 40
Etil éster del Ácido Estearico (C18:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	0,1 – 30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	0 – 10
Etil éster del Ácido α - Linolénico (C18:3n6)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido γ - Linolénico (C18:3n3)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico Ácido Araquidónico (C20:4n6)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosanoico (ÁcidoBehénico C22:0)	0,1– 5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	0,1 – 10
Etil éster del Ácido Erúico (C22:1n9)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	0,1 – 30

Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3)	0,1 – 80
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	0,1 – 5

donde al menos 75 % en peso de la composición FA1 comprende ésteres de ácidos grasos insaturados.

En aún otra realización, la composición de fluido acarreador FA1 contiene 0,1 a 10% en peso de Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9)), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3), 0,1 a 20 % en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomog-linolénico (C20:3n6), 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3), y 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3) y los siguientes etil ésteres de ácido graso:

Etil éster de ácido graso	Rango de concentración en Composición FA1 (% en peso)
Etil éster del Ácido Esteárico (C18:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	0,1 – 30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	0 – 10
Etil éster del Ácido α-Linolénico (C18:3n6)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido γ-Linolénico (C18:3n3)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico (Ácido Araquidónico C20:4n6)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosanoico (ÁcidoBehénico C22:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	0,1 – 10
Etil éster del Ácido Erúxico (C22:1n9)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	0,1 – 30
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	0,1 – 5

donde al menos 75% en peso de la composición FA1 comprende ésteres de ácidos grasos insaturados.

En aún otra realización, la composición de fluido acarreador FA1 contiene 0,1 a 10% en peso de Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9)), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6), 0,1 a 20 % en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3), 0,1 a 20% en peso de Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo-γ-linolénico (C20:3n6), 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3), y 0,1 a 80% en peso de Etil éster del Ácido Docosaheptaenoico (C22:6n3) y los siguientes etil ésteres de ácido graso:

Etil éster de ácido graso	Rango de concentración en Composición FA1 (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	0,1 – 40
Etil éster del Ácido Estearico (C18:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	0,1 – 30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	0 – 10
Etil éster del Ácido α-Linolénico (C18:3n6)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido γ-Linolénico (C18:3n3)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	0,1 – 15
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico o Ácido Araquidónico (C20:4n6)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	0,1 – 5
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	0,1 – 20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	0,1 – 30

donde al menos 75% en peso de la composición FA1 comprende ésteres de ácidos grasos insaturados.

En un segundo aspecto, se ha encontrado que mezclando la composición de fluido acarreador FA1 con un ácido graso poli-insaturado, tal como el ácido eicosapentaenoico, se tiene un fluido acarreador FA2, el cual bajo las mismas condiciones de operación de destilación que FA1, potencia la eficiencia de la composición de fluido acarreador en procesos de destilación vacío, reduciendo la concentración de POPs en el aceite de

pescado que está siendo procesado en una extensión significativamente mayor comparada con la composición de fluido acarreador FA1. La composición de fluido acarreador FA2 preferentemente comprende al menos 75% en peso de ésteres de ácidos grasos insaturados. En una realización, la composición de fluido acarreador FA2 comprende de 0,5% a 5% en peso del ácido graso poli-insaturado. En una realización, el ácido graso poli-insaturado es el ácido eicosapentaenoico. En una realización, FA2 se obtiene contactando FA1 con ácido eicosapentaenoico para formar una mezcla (FA2) que comprende entre 0,5 a 5 % en peso de ácido eicosapentaenoico.

Además de la reducción de las concentraciones de POPs y PTSs en aceites de pescado, se ha encontrado que inesperadamente las composiciones de fluido acarreador CF1 y CF2 también remueven una considerable fracción del colesterol libre presente en los aceites de pescado, y en forma sorprendente también remueven una fracción relevante del colesterol esterificado en los aceites de pescado.

Las composiciones de fluido acarreador aquí divulgadas se pueden ser usadas en procesos de destilación, tal como procesos de destilación al vacío, para reducir la concentración de POPs y PTSs en aceites marinos, tales como aceite de pescado o aceite de vísceras de pescado. Tal proceso generalmente incluye contactar un aceite de pescado o aceite de vísceras de pescado con una composición de fluido acarreador divulgada en la presente invención, para formar una mezcla y alimentar la mezcla a una columna de destilación, tal como una columna de destilación de senda corta. La columna de destilación de senda de corta es también conocida como una columna de destilación molecular donde la distancia entre el evaporador y el condensador es comparable al camino libre medio de las moléculas destiladas bajo las condiciones de operación. La proporción de composición de fluido acarreador respecto a la mezcla puede ser de 1 a 10%, preferentemente de 2 a 8%. La mezcla es alimentada a la columna de destilación, generalmente a una tasa de 1 a 150 kg/h por m² de superficie de evaporación, preferentemente a una tasa de 10 a 100 kg/h por m².

El proceso de destilación al vacío generalmente incluye un condensador interno junto a una superficie de evaporación donde la temperatura del condensador es más alta que el punto de fusión del fluido acarreador. En una realización, la temperatura de evaporación está entre 150°C y 280°C, preferentemente entre 180°C y 240°C. En una realización la presión en la columna está entre 0,0001 mbar y 0,5 mbar, preferentemente entre 0,001 y 0,05 mbar. En una realización, la temperatura de evaporación está entre 150°C y 280°C, preferentemente entre 180°C y 240°C, y la presión en la columna esta entre 0,0001 mbar y 0,5 mbar, preferentemente entre 0,001 y 0,05 mbar. El proceso de destilación resulta en la separación de un destilado que incluye el fluido acarreador y los contaminantes. El destilado se consensa en el condensador interno, y se provee un residuo que comprende el aceite de origen marino con una concentración de contaminantes disminuida. El

destilado y el residuo abandonan la columna de forma separada y son colectados a la salida de la columna.

En los procesos de destilación al vacío, se ha encontrado que las composiciones de fluido acarreador aquí divulgadas han sido sorprendentemente más eficientes en la disminución de las concentraciones de diferentes tipos de POPs comparados con fluidos acarreadores convencionales, tal como el fluido acarreador divulgado en EP 1523541 B1 que consiste de mezclas de etil ésteres generadas como sub-productos (fracciones de destilado) de un proceso regular para la producción de concentrados de etil ésteres de EPA y DHA. Como se muestra en los ejemplos, las diferencias en eficiencia de las composiciones de fluido acarreador de la divulgadas en la presente invención comparadas con un fluido acarreador convencional varían entre aproximadamente un 30% hasta un orden de magnitud de mayor reducción de las concentraciones de las diferentes clases de POPs. Curiosamente, en algunos casos se ha encontrado que los fluidos acarreadores convencionales tienen un efecto contrario y pueden causar un aumento de la concentración de algunos contaminantes. Ver por ejemplo Tablas 5 y 6 de EP 1523541 B1. El aumento en las concentraciones de algunos contaminantes pudo ocurrir debido a la presencia de niveles traza indetectables del compuesto en la materia prima, que se concentraron durante la destilación hasta un nivel detectable. Sin embargo, tales efectos no se han observado utilizando los fluidos acarreadores de la presente invención.

Ejemplos.

Aunque han sido descritas algunas realizaciones de la invención, pueden existir otras realizaciones. Muchos otros aspectos, realizaciones, modificaciones, y equivalentes de la invención, después de leer la descripción del presente documento, pueden ser sugeridos a un experto en la técnica sin apartarse del espíritu de la presente invención o el alcance del objeto de la invención.

En los ejemplos a continuación, la composición M1 es una realización de la composición de fluido acarreador FA1 como se muestra en la Tabla 2. M1 contiene 21 etil ésteres de ácidos grasos con un contenido de 96,3% de ésteres de ácidos grasos insaturados, mayoritariamente poli-insaturados. La composición M2 es una realización de la composición de fluido acarreador FA2. M2 contiene 21 etil ésteres de ácidos grasos y 5% en peso de ácido eicosapentaenoico con un contenido de 96,5 % de ésteres de ácidos grasos insaturados, mayoritariamente poli-insaturados. La eficiencia de M1 y M2 en la remoción de POPs/reducción de la concentración de POPs de aceite de pescado es comparada con un fluido acarreador convencional ejemplificado en los Ejemplos por la composición M, la cual corresponde a una realización del fluido acarreador divulgado en EP 1523541 B1, que consiste de mezclas de etil ésteres generadas como sub-productos

(fracciones de destilado) de un proceso regular para la producción de concentrados de etil ésteres de EPA y DHA. La composición M contiene 17 etil ésteres de ácidos grasos, conteniendo 42,7% en peso de ésteres de ácidos grasos insaturados.

Las composiciones de M, M1 y M2 que se muestran abajo en la Tabla 3 fueron utilizadas en los Ejemplos 1 a 5 y se formularon con etil ésteres de ácidos grasos obtenidos de diferentes proveedores.

Tabla 3.

Componente	M (% en peso)	M1 (% en peso)	M2 (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	19,0	0,0	0,0
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	35,5	0,0	0,0
Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	20,6	0,0	0,0
Etil éster del Ácido Esteárico (C18:0)	2,3	1,0	0,9
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	13,1	5,0	4,7
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	1,1	2,0	1,9
Etil éster del Ácido α- Linolénico (C18:3n6)	0,2	1,0	0,9
Etil éster del Ácido γ- Linolénico (C18:3n3)	0,8	0,1	0,1
Etil éster del Ácido Estearidonico (Ácido Moróctico C18:4n3)	2,2	5,0	4,7
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	0,1	2,0	1,9
Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico C20:1n9)	0,0	3,0	2,8
Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6)	0,1	2,0	1,9
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3)	0,1	1,0	0,9
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo-γ-linolénico (C20:3n6)	0,1	1,0	0,9
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico o Ácido Araquidónico (C20:4n6)	0,1	2,0	1,9
Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3)	3,9	43,0	40,8
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	0,0	0,5	0,5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	0,0	0,1	0,1
Etil éster del Ácido Erúcico (C22:1n9)	0,0	3,0	2,8
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	0,0	2,0	1,9
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	0,0	5,0	4,7
Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3)	0,2	21,0	19,9
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	0,0	0,1	0,1
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	0,2	0,1	0,1
Ácido Eicosapentaenoico	0,0	0,0	5,0

En los ejemplos, las muestras fueron analizadas mediante técnicas conocidas en el estado de la técnica cuyas referencias se citan a continuación:

Los análisis de dioxinas, furanos y PCBs se llevaron a cabo de manera análoga a la de la publicación “Dioxins and polychlorinated biphenyls in fish oil dietary supplements and licensed medicines”, Food Surveillance Information Sheet, Vol. 106, Junio 1997, MAFF, Londres, y las referencias allí citadas.

Los análisis de HCB, HCHs, DDTs se llevaron a cabo de manera análoga a la publicación “Environ. Sci. Technol”. 2002, 36, 2797-2805 de Jacobs et al.

Los análisis de PBDEs se llevaron a cabo de manera análoga al Informe N° FD 04/37 de UKAS (United Kingdom Accreditation Service) titulado: “Brominated Flame Retardants and Brominated Dioxins in 2003 Total Diet Samples”.

Las concentraciones de los PAHs se determinaron mediante cromatografía gaseosa capilar-espectrometría de masas y se cuantificaron con referencia a patrones internos de C¹³. Los resultados están dados en µg/kg para compuestos individuales y, además, como equivalentes de benzo-(a)-pireno (BaP).

Los análisis de toxafenos se llevaron a cabo de manera análoga a la de la publicación Oetjen, K; and Karl, H. 1998. “Levels of toxaphene indicator compounds in fish meal, fish oil and fish feed”. Chemosphere, 37, 1-11.

Los análisis del colesterol libre se realizaron de acuerdo con el método oficial AOAC 994.1. La determinación de colesterol libre fue hecha sobre muestras sin saponificar.

Ejemplo 1.

El ejemplo 1 muestra la reducción de la concentración de dioxinas y furanos de un aceite de sardinas mediante destilación con diferentes fluidos acarreadores.

Un aceite de sardinas conteniendo diferentes dioxinas y furanos (ver Tabla 4) se mezcló con la composición M, M1, o M2, como fluido acarreador en la proporción en peso de 7:100 de fluido acarreador: aceite de sardinas. La mezcla se alimentó a una columna de destilación de sonda de corta de acero inoxidable modelo VK-83-6 (VTA GmbH) a una tasa de flujo de 30 kg/h/m² y se destiló a la temperatura de 205 °C y una presión de 0,004 mbar, obteniendo un residuo de aceite con un contenido de dioxinas y furanos a las concentraciones indicadas en la Tabla 4.

Tabla 4. Contenido de dioxinas y furanos en un aceite de sardinas, antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores.

Dioxinas	Concentración antes de destilación (ng/kg)	Concentración después de destilación con M (ng/kg)	Concentración después de destilación con M1 (ng/kg)	Concentración después de destilación con M2 (ng/kg)
2,3,7,8-TCDD	1,54	0,12	0,08	0,06
1,2,3,7,8-PeCDD	0,84	0,10	0,07	<0,05
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1,40	0,40	0,14	<0,07
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2,35	0,20	0,11	<0,07
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,80	0,16	0,12	<0,08

17

1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2,03	0,46	0,27	0,10
OCDD	3,25	2,1	1,7	1,3
TEQ ng/kg	2,86	0,30	0,19	0,13
Furanos				
2,3,7,8-TCDF	17,3	1,2	0,7	0,12
1,2,3,7,8-PeCDF	6,20	0,25	0,14	0,09
2,3,4,7,8-PeCDF	4,85	0,19	0,12	0,07
1,2,3,4,7,8-HxCDF	14,8	2,2	1,5	0,10
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,30	0,18	0,12	0,07
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2,64	0,96	0,41	<0,07
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3,26	0,86	0,23	0,12
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	1,07	0,67	0,28	0,11
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,36	<0,17	<0,17	<0,17
OCDF	6,57	1,23	0,97	0,84
TEQ ng/kg	6,58	0,66	0,37	0,09

Las destilaciones con las composiciones M, M1 o M2 como fluido acarreador fueron replicadas tres veces adicionales para cada composición bajo las condiciones del Ejemplo 1. El promedio y la desviación estándar (n=4) para cada composición M, M1, y M2 se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. Contenido de dioxinas y furanos en aceite de sardinas, antes y después de destilación (n=4) con diferentes composiciones de fluido acarreador. Los valores indicados después de destilación corresponden al promedio y desviación estándar (n=4).

Contaminante	Concentración antes de destilación	Concentración después de destilación con fluido acarreador M	Concentración después de destilación con fluido acarreador M1	Concentración después de destilación con fluido acarreador M2
Dioxinas TEQ ng/kg	2,86	0,2725 ± 0,0574	0,1975 ± 0,0359	0,1125 ± 0,0350
Furanos TEQ ng/kg	6,58	0,6150 ± 0,0342	0,3525 ± 0,0263	0,1300 ± 0,0271

Adicionalmente, se midieron el contenido de colesterol libre y esterificado en el aceite de sardinas del Ejemplo 1 antes y después de las destilaciones con M, M1, o M2. Los resultados se muestran en Tabla 6.

Tabla 6. Contenido de colesterol libre y esterificado en muestras de aceite de sardinas.

Tipo Colesterol	Concentración antes de destilación mg/g	Concentración después de destilación con M mg/g	Concentración después de destilación con M1 mg/g	Concentración después de destilación con M2 mg/g
Colesterol Libre	7,5	3,0	2,3	2,1
Colesterol Esterificado	2,5	2,3	2,2	2,1

Ejemplo 2.

El ejemplo 2 muestra una reducción de la concentración de policlorobifenilos (PCBs) y poli-bromo difeniléteres (PBDEs) de un aceite de jurel, mediante destilación con los fluidos acarreadores M1 y M2.

Un aceite de jurel conteniendo diferentes congéneres de PCB (ver Tabla 7) se mezcló con la composición M, M1, o M2 como fluido acarreador en la proporción en peso de 7:100 de fluido acarreador:aceite de jurel. La mezcla se alimentó a una columna de destilación de senda de corta de acero inoxidable modelo VK-83-6 (VTA GmbH) a una tasa de flujo de 35 kg/h/m² y se destiló a la temperatura de 185°C y una presión de 0,002 mbar, obteniendo un residuo de aceite destilado con un contenido de PCBs a las concentraciones listadas en la Tabla 7.

Tabla 7. Contenido de PCBs en un aceite de jurel antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores.

Contaminante	Concentración antes de destilación µg/kg	Concentración Después de destilación con M, µg/kg	Concentración después de destilación con M1, µg/kg	Concentración después de destilación con M2, µg/kg
PCB 77	0,76	0,072	0,012	0,003
PCB 81	0,23	0,009	0,005	0,001
PCB 101	16,90	4,800	0,860	0,095
PCB 118	27,30	6,80	1,40	0,17
PCB 123	2,20	0,80	0,10	0,07
PCB 126	0,48	0,12	0,07	0,008
PCB 138	19,80	2,80	0,17	0,02
PCB 153	41,40	5,80	1,70	0,23
PCB 167	3,20	0,94	0,18	0,07
PCB 169	2,80	0,86	0,32	0,014
PCB 180	14,70	3,40	0,98	0,04
PCB 189*	0,98	0,32	0,07	0,01
Total PCBs	130,75	26,72	5,87	0,73
Total PCBs TEQ µg/kg	0,079	0,021	0,010	0,001

*Congéneres de PCBs con factor de equivalencia tóxico asignado.

Tabla 8. Contenido de PBDEs en un aceite de jurel antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores (continuación).

Contaminante	Concentración antes de destilación µg/kg	Concentración después de destilación con M, µg/kg	Concentración después de destilación con M1, µg/kg	Concentración después de destilación con M2, µg/kg
PBDE 47	4,8	0,7	0,1	0,05
PBDE 99	3,6	0,6	0,08	<0,01

PBDE 119	2,3	0,4	0,06	<0,01
PBDE 153	1,8	0,5	0,07	<0,01
Total PBDE	12,5	2,2	0,31	0,08

Las destilaciones con las composiciones M, M1 o M2 como fluido acarreador fueron replicadas tres veces adicionales para cada composición bajo las condiciones del Ejemplo 2, y el promedio y la desviación estándar (n=4) para cada composición M, M1, y M2 se muestran en la Tabla 9.

Tabla 9. Contenido de PCBs y PBDEs en aceite de jurel antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluido acarreador. Los valores indicados después de destilación corresponden al promedio y desviación estándar (n=4).

Contaminante	Concentración antes de destilación	Concentración después de destilación con fluido acarreador M	Concentración después de destilación con fluido acarreador M1	Concentración después de destilación con fluido acarreador M2
PCBs TEQ (µg/kg)	3,25	0,02125 ± 0,00263	0,008475 ± 0,001952	0,0009800 ± 0,0001804
PBDEs (µg/kg)	12,5	2,2750 ± 0,0957	0,3400 ± 0,0606	0,1025 ± 0,0403

Ejemplo 3.

El ejemplo 3 muestra una reducción de la concentración de pesticidas organoclorados (hidrocarburos clorados y toxafenos o canfenos policlorados) de un aceite de salmón, mediante destilación con los fluidos acarreadores M1 y M2.

Un aceite de salmón conteniendo diferentes pesticidas (ver Tabla 10) se mezcló con el fluido acarreador de la composición M, M1, o M2 como fluido acarreador en la proporción en peso de 8:100 de fluido acarreador: aceite de salmón. La mezcla se alimentó a una columna de destilación de senda de corta de acero inoxidable modelo VK-83-6 (VTA GmbH) una tasa de flujo de 40 kg/h/m² y se destiló a una temperatura de 195 °C y una presión de 0,003 mbar, obteniendo un residuo de aceite destilado con un contenido de contaminantes a las concentraciones que se indican en la Tabla 10.

Tabla 10. Contenido de pesticidas en un aceite de salmón antes y después de destilación con diferentes fluidos acarreadores.

Hidrocarburos clorados	Concentración antes de destilación µg/kg	Concentración después de destilación con M, µg/kg	Concentración después de destilación con M1, µg/kg	Concentración después de destilación con M2, µg/kg
HCB	4,1	0,7	<0,2	<0,2

α-HCH	6,8	0,8	0,6	<0,2
γ-HCH	8,7	0,7	0,5	0,3
β-HCH	16,1	2,8	0,6	0,5
p,p'-DDE	71,4	2,1	1,9	1,5
p,p'-DDD	10,5	1,8	1,6	1,2
p,p'-DDT	22,7	5,3	0,4	<0,2
Total organoclorados	136,2	12,4	5,9	4,1
Canfenos policlorados	Concentración antes de destilación µg/kg	Concentración después de destilación con M, µg/kg	Concentración después de destilación con M1, µg/kg	Concentración después de destilación con M2, µg/kg
Toxafenos				
Toxafeno 26	30	28	5,8	2,6
Toxafeno 50	80	74	8,6	4,2
Toxafeno 62	42	39	6,8	3,1
Total Toxafenos	152	130	10,2	5,9

Las destilaciones con las composiciones M, M1 o M2 como fluido acarreador fueron replicadas tres veces adicionales para cada composición bajo las condiciones del Ejemplo 3, y el promedio y la desviación estándar (n=4) para cada composición M, M1, y M2 se muestran en la Tabla 11.

Tabla 11. Contenido pesticidas en un aceite de salmón antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores. Los valores indicados después de destilación corresponden al promedio y desviación estándar (n=4).

Contaminante	Concentración antes de destilación	Concentración después de destilación con fluido acarreador M	Concentración después de destilación con fluido acarreador M1	Concentración después de destilación con fluido acarreador M2
Hidrocarburos clorados µg/kg	136,2	12,625 ± 0,634	5,300 ± 0,497	4,050 ± 0,404
Toxafenos µg/kg	152	128,500 ± 4,203	10,300 ± 0,648	6,200 ± 0,469

Ejemplo 4.

El ejemplo 4 muestra una reducción de la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAH) de un aceite de hígado de bacalao mediante destilación con fluidos acarreadores M1 y M2.

Un aceite de hígado de bacalao conteniendo diferentes PAHs (ver Tabla 12) se mezcló con el fluido acarreador de la composición M, M1, o M2 como fluido acarreador en la proporción en peso de 6:100 de fluido acarreador: aceite de hígado de bacalao. La mezcla se alimentó a una columna de destilación de senda de corta de acero inoxidable modelo

VK-83-6 (VTA GmbH) una tasa de flujo de 30 kg/h/m² y se destiló a una temperatura de 185°C y una presión de 0,003 mbar, obteniendo un residuo de aceite destilado con un contenido de contaminantes a las concentraciones que se indican en la Tabla 12.

Tabla 12. Contenido PAHs en un aceite de hígado de bacalao antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores.

Compuesto	Concentración antes de destilación µg/kg	Factor de Nisbet y LaGoy*	Concentración después de destilación con fluido acarreador M, µg/kg	Concentración después de destilación con fluido acarreador M1, µg/kg	Concentración después de destilación con fluido acarreador M2, µg/kg
Acenafteno	0,35	0,001	0,18	0,10	0,08
Acenonaftaleno	6,40	0,001	2,80	0,80	0,64
Antraceno	19,30	0,01	3,40	2,40	1,12
Benzo(a)antraceno	0,80	0,1	0,28	0,20	0,10
Benzo(a)pireno	5,20	1	0,40	0,12	0,10
Criseno	3,20	0,01	1,37	0,40	0,30
Fluoranteno	2,90	0,001	0,97	0,37	0,20
Fluoreno	8,40	0,001	1,28	0,66	0,40
Total	46,55		10,68	5,05	2,94
Total BaP equivalente	5,52		0,48	0,17	0,12

*Nisbet et al. (1992) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs). Regulatory Toxicology and Pharmacology 16, 290-300.

Las destilaciones con las composiciones M, M1 o M2 como fluido acarreador fueron replicadas tres veces adicionales para cada composición bajo las condiciones del Ejemplo 4, y el promedio y la desviación estándar (n=4) para cada composición M, M1, y M2 se muestran en la Tabla 13.

Tabla 13. Contenido de PAHs en un aceite de hígado de bacalao antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores. Los valores indicados después de destilación corresponden al promedio y desviación estándar de cuatro réplicas.

Contaminante	Concentración antes de destilación	Concentración después de destilación con fluido acarreador M	Concentración después de destilación con fluido acarreador M1	Concentración después de destilación con fluido acarreador M2
PAHs BaP equivalente µg/kg	5,52	0,4950 ± 0,0342	0,1925 ± 0,0263	0,1175 ± 0,0171

Ejemplo 5.

El ejemplo 5 muestra una reducción de la concentración del congénere PCB 209 de un aceite de salmón mediante destilación con fluidos acarreadores M1 y M2. PCB 209 es el menos volátil de los congéneres de PCB y la magnitud de su reducción en un aceite pescado es una indicación de la eficiencia de un fluido acarreador para la reducción de POPs de baja volatilidad.

Al aceite de salmón destilado en el Ejemplo 3 se le agregó PCB 209 hasta la concentración de 0,45 mg/kg, y luego el aceite enriquecido en PCB 209 se mezcló con el fluido acarreador de la composición M, M1, o M2 como fluido acarreador en la proporción en peso de 8:100 de fluido acarreador: aceite de salmón. La mezcla se alimentó a una columna de destilación de senda de corta de acero inoxidable modelo VK-83-6 (VTA GmbH) una tasa de flujo de 40 kg/h/m² y se destiló a una temperatura de 190°C y una presión de 0,002 mbar. Los resultados de las destilaciones se muestran en la Tabla 14.

Tabla 14. Contenido de PCB-209 en un aceite de salmón antes y después de destilación con diferentes fluidos acarreadores.

Contaminante	Concentración antes de destilación	Concentración después de destilación con M mg/kg	Concentración Después de destilación con M1 mg/kg	Concentración después de destilación con M2 mg/kg
PCB-209	0,45	0,012	0,005	0,001

Las destilaciones con las composiciones M, M1 o M2 como fluido acarreador fueron replicadas tres veces adicionales para cada composición bajo las condiciones del Ejemplo 5, y el promedio y la desviación estándar (n=4) para cada composición M, M1, y M2 se muestran en la Tabla 15.

Tabla 15. Contenido de PCB-209 en un aceite de salmón antes y después de destilación con diferentes composiciones de fluidos acarreadores. Los valores indicados después de destilación corresponden al promedio y desviación estándar (n=4).

Contaminante	Concentración antes de destilación	Concentración después de destilación con fluido acarreador M	Concentración después de destilación con fluido acarreador M1	Concentración después de destilación con fluido acarreador M2
PCB-209 mg/kg	0,45	0,01750 ± 0,00404	0,01050 ± 0,003873	0,00425 ± 0,00299

La Tabla 16 muestra un resumen de los resultados obtenidos de los Ejemplos 1–5 para cada grupo de contaminantes (n=4). Entre paréntesis se muestra el porcentaje de reducción del contaminante. En el caso de los PCBs, la primera cifra en paréntesis

muestra el porcentaje de reducción en TEQ µg/kg, mientras que la segunda cifra en paréntesis muestra el porcentaje de reducción física en µg/kg.

Tabla 16.

Contaminante	Concentración en aceite de pescado antes de destilación	Concentración en aceite de pescado después de destilación con fluido acarreador M	Concentración en aceite de pescado después de destilación con fluido acarreador M1	Concentración en aceite de pescado después de destilación con fluido acarreador M2
Dioxinas TEQ ng/kg	2,86	0,2725 (90,4)	0,1975 (93,1)	0,1125 (96,1)
Furanos TEQ ng/kg	6,58	0,6150 (87,7)	0,3025 (95,4)	0,1300 (98)
PCBs TEQ µg/kg	3,25	0,02125 (99,3; 79,6)	0,008475 (99,7; 96,8)	0,000980 (99,96; 99,4)
PBDEs µg/kg	12,5	2,2750 (81,8)	0,3400 (97,3)	0,1025 (99,2)
PCB-209 mg/kg	0,45	0,01750 (96,1)	0,01050 (97,6)	0,00425 (99)
PAHs BaP equivalente µg/kg	5,52	0,4950 (90,1)	0,1925 (96,5)	0,1175 (97,8)
Pesticidas clorados µg/kg	136,2	12,625 (90,7)	5,300 (96,1)	4,050 (97)
Toxafenos µg/kg	152	128,500 ± 4,203 (15,5)	10,300 ± 0,648 (93,2)	6,200 ± 0,469 (95,9)

Ejemplo 6.

El ejemplo 6 muestra el efecto del contenido total y naturaleza de los etil ésteres de los ácidos grasos insaturados en la composición de los fluidos acarreadores sobre la reducción de la concentración de POPs en aceites de pescado.

Los ejemplos de 1 a 5 se repitieron con realizaciones adicionales de composiciones de fluido acarreador de la divulgación. La composición M3 es una realización de la composición de fluido acarreador FA1de la divulgación con un contenido de ésteres de ácidos grasos insaturados de 76,5% en peso, principalmente mono-insaturados. La composición M4 es una realización de la composición de fluido acarreador FA2 de la divulgación con un contenido de ésteres de ácidos grasos insaturados de 79,5% en peso, principalmente mono-insaturados. Las composiciones de fluido acarreador M3 y M4 se muestran en la Tabla 17.

Tabla 17. Composiciones de fluidos acarreadores utilizados en Ejemplo 6

Componente	M3 (% en peso)	M4 (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	12,0	11,4
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	9,0	8,5

Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	34,0	32,3
Etil éster del Ácido Esteárico (C18:0)	1,0	0,9
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	19,5	18,5
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	5,0	4,7
Etil éster del Ácido α-Linolénico (C18:3n6)	0,5	0,5
Etil éster del Ácido γ-Linolénico (C18:3n3)	0,1	0,1
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	5,0	4,7
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	1,0	0,9
Etiléster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico C20:1n9)	2,0	1,9
Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6)	0,2	0,2
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3)	0,2	0,2
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (Ácido dihomο-γ-linolénico C20:3n6)	0,1	0,1
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico (Ácido Araquidónico C20:4n6)	2,0	1,9
Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3)	5,0	4,7
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	0,5	0,5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	0,0	0,0
Etil éster del Ácido Erúxico (C22:1n9)	0,0	0,0
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	0,5	0,5
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	0,5	0,5
Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3)	1,0	0,9
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	0,0	0,0
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	0,0	0,0
Ácido Eicosapentaenoico (C20:5)	0,0	5,0

Los ejemplos 1-5 se replicaron utilizando las composiciones de fluido acarreador que se muestran en la Tabla 17. Los resultados obtenidos con M3 y M4 fueron del mismo orden de magnitud que los valores mostrados en Tabla 16. Se observaron variaciones individuales de ± 25% con respecto de los valores de la Tabla 16 .Los datos para los fluidos acarreadores M1, M2, M3, y M4 corroboran la superior eficiencia de mezclas de etil ésteres de ácidos grasos con un contenido de a lo menos 75% de etil ésteres de ácidos insaturados, ya sean mono o poli-insaturados, como fluidos acarreadores para la reducción de concentración de PCBs y PTSs en aceites de pescado con respecto afluidos acarreadores tipo etil éster convencionales, cualitativamente similares, pero con un contenido de alrededor de 50% o menos en peso de etil ésteres de ácidos insaturados

Los resultados mostrados en los ejemplos 1-6 confirman la superior eficiencia de las composiciones de fluido acarreador FA1 y FA2 de la presente invención por sobre fluidos acarreadores convencionales, tal como el tipo divulgado en EP 1523541 B1 para la remoción de contaminantes orgánicos persistentes de aceite de pescado mediante destilación a vacío. Los resultados obtenidos en los ejemplos 1-6 con las composiciones de fluido acarreador M1, M2, M3, y M4 fueron sorprendentes e inesperados pues la existencia de diferencias significativas de la magnitud observada en los ejemplos 1-6 en relación a la eficiencia entre diferentes composiciones de etil ésteres de ácidos grasos como fluidos acarreadores en la remoción de contaminantes orgánicos persistentes de aceite de pescado mediante destilación a vacío, o el eficiente efecto potenciador del ácido eicosapentaenoico, no había sido previamente divulgado ni sugerido.

Aunque las composiciones de fluido acarreador convencionales lograron concentraciones de POPs y toxafenos que fueron menores a los límites máximos permitidos, los resultados mostrados en los ejemplos 1-6 demuestran que los fluidos acarreadores de la divulgación son capaces de reducciones significativas en las concentraciones de dioxinas, furanos, PBDEs, PAHs y BaP, Hidrocarburos clorados, y toxafenos. Ver tabla 16. En particular, la reducción de concentraciones de PCBs, PBDEs, y toxafenos obtenida con las composiciones de fluido acarreador de la divulgación fueron casi de un orden de magnitud mayor que las reducciones logradas con el fluido acarreador convencional. La mejora significativa sobre la eficiencia en la reducción de toxafenos es notable. Bajo las condiciones de operación usadas en los ejemplos, el fluido acarreador convencional disminuyó la concentración de toxafenos en solo 15,5%. En un marcado contraste, las composiciones de fluido acarreador FA1 y FA2 disminuyeron la concentración de toxafenos en 93,2% y 95,9%, respectivamente, bajo las mismas condiciones de operación del fluido acarreados convencional. Ver tabla 16.

Estudios recientes del uso clínico de ésteres de ácido eicosapentaenoico (EPA) y ésteres de ácido docosahexaenoico (DHA) recomiendan dosis de varios gramos de dichos ésteres para el consumo diario. En vista que la dosificación recomendada de EPA y DHA para el uso clínico aumenta, la reducción de niveles de contaminantes en aceites de pescado, los cuales constituyen una importante fuente de EPA y DHA, se ha ido tornando más importante dado el aumento en el consumo diario de aceites de pescado. Es más, los niveles máximos permisibles de POPs y PTSs permitidos por agencias de gobiernos o agencias reguladoras en productos de consumo, tales como aceites de pescado, han ido disminuyendo a medida que el entendimiento sobre los efecto tóxicos de POPs y PTSs aumenta. Por tanto, en el futuro cercano puede ser necesario reducir los niveles de concentración de los POPs en aumento para cumplir con regulaciones nuevas o revisadas. Mientras los fluidos acarreadores convencionales del tipo probado en los ejemplos son generalmente capaces de cumplir con los requerimientos actuales, una aun

mayor reducción de en el nivel máximo permisible de concentración de POPs y/o PTSs en aceites de pescado, requeriría probablemente un proceso de purificación adicional, tal como tratamiento con adsorbentes, para cumplir con las reducidas concentraciones máximas permisibles.

Las composiciones de fluidos acarreadores de la presente invención no sólo cumplen con las regulaciones existentes sino que además tienen la capacidad de cumplir con regulaciones más exigentes que muy probablemente emergerán en el futuro. Como se muestra en los ejemplos 1-6, las composiciones de fluido acarreador de la divulgación y los procesos aquí divulgados remueven eficientemente un mayor espectro de contaminantes de aceites de pescado que los procesos que utilizan adsorción con carbón activo y remueven una proporción significativamente mayor de POPs que los fluidos acarreadores conocidos bajo condiciones de proceso similares.

REIVINDICACIONES

1.- Una composición de fluido acarreador para la reducción de la concentración de contaminantes orgánicos persistentes en aceite de pescado en un proceso de destilación a vacío, CARACTERIZADA porque la composición comprende los siguientes etil ésteres de los ácidos grasos:

Etil éster del ácido graso	Rango de concentración en la composición (% en peso)
Etil éster del Ácido Eicosenoico (Ácido Gondoico (C20:1n9))	0,1 -10
Etil éster del Ácido Eicosadienoico (C20:2n6)	0,1 - 20
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico (C20:3n3)	0,1 - 20
Etil éster del Ácido Eicosatrienoico o Ácido dihomo-γ-linolénico (C20:3n6)	0,1 - 20
Etil éster del Ácido Eicosapentaenoico (C20:5n3)	0,1 - 80
Etil éster del Ácido Docosahexaenoico (C22:6n3)	0,1 -80

2.- La composición de fluido acarreador según la reivindicación 1, CARACTERIZADA porque adicionalmente comprende al menos uno de los siguientes etil ésteres de ácidos grasos:

Etil éster del ácido graso	Concentración máxima en la composición (% en peso)
Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	20
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	15
Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	40
Etil éster del Ácido Estearico (C18:0)	5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	10
Etil éster del Ácido α-Linolénico (C18:3n6)	5
Etil éster del Ácido γ-Linolénico (C18:3n3)	5
Etil éster del Ácido Estearidonico (Ácido Moróctico C18:4n3)	15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	15
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico (Ácido Araquidónico C20:4n6)	20
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	10
Etil éster del Ácido Erúcico (C22:1n9)	20
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	30
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	5
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	5

donde al menos el 75% en peso de la composición comprende etil ésteres de ácidos grasos insaturados.

3.- La composición de fluido acarreador según la reivindicación 1, CARACTERIZADA porque además comprende de 0,5 a 5% en peso de ácido eicosapentaenoico.

4.- La composición de fluido acarreador según la reivindicación 2, CARACTERIZADA porque además comprende de 0,5 a 5% en peso de ácido eicosapentaenoico.

5.- La composición de fluido acarreador según reivindicación 4, CARACTERIZADA porque al menos el 75% en peso de la composición consiste en etil ésteres de ácidos grasos insaturados.

6.- Un proceso para la reducción de la concentración de contaminantes orgánicos persistentes (POPs) en aceites de pescado, CARACTERIZADO porque comprende las etapas de:

- a) contactar el aceite de pescado con la composición de fluido acarreador según la reivindicación 1 para formar una mezcla de aceite de pescado y fluido acarreador, donde dicha mezcla comprende entre alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso de la composición de fluido acarreador;
- b) alimentar la mezcla formada a una columna de destilación de senda corta que comprende un evaporador para generar un destilado y un residuo; y
- c) coleccionar el residuo desde la columna, donde el residuo comprende aceite de pescado con una concentración de POPs menor que la concentración de POPs presente en el aceite de pescado antes de contactarse el aceite de pescado con la composición de fluido acarreador.

7.- El proceso según la reivindicación 6, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presión entre 0,0001 y 0,5 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 150°C y 280°C.

8.- El proceso según la reivindicación 7, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presión entre 0,001 y 0,05 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 180°C y 240°C.

9.- El proceso según la reivindicación 6, CARACTERIZADO porque la composición de fluido acarreador adicionalmente contiene al menos uno de los siguientes etil ésteres de ácidos grasos:

Etil éster del ácido graso	Concentración máxima en la composición (% en peso)
----------------------------	--

Etil éster del Ácido Tetradecanoico (Ácido Mirístico C14:0)	20
Etil éster del Ácido Palmítico (C16:0)	15
Etil éster del Ácido Palmitoléico (C16:1)	40
Etil éster del Ácido Esteárico (C18:0)	5
Etil éster del Ácido Oleico (C18:1)	30
Etil éster del Ácido Linoleico (C18:2n6)	10
Etil éster del Ácido α -Linolénico (C18:3n6)	5
Etil éster del Ácido γ -Linolénico (C18:3n3)	5
Etil éster del Ácido Estearidónico (Ácido Moróctico C18:4n3)	15
Etil éster del Ácido Eicosanoico (Ácido Araquídico C20:0)	15
Etil éster del Ácido Eicosatetraenoico (Ácido Araquidónico C20:4n6)	20
Etil éster del Ácido Docosanoico (Ácido Behénico C22:0)	5
Etil éster del Ácido Cetoleico (C22:1n11)	10
Etil éster del Ácido Erúcico (C22:1n9)	20
Etil éster del Ácido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	20
Etil éster del Ácido Docosapentaenoico (C22:5n3)	30
Etil éster del Ácido Tetracosanoico (Ácido Lignocérico C24:0)	5
Etil éster del Ácido Tetracosaenoico (Ácido Nervónico C24:1)	5

donde al menos el 75% en peso de la composición comprende etil ésteres de ácidos grasos insaturados.

10.- El proceso según la reivindicación 9, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presión entre 0,0001 y 0,5 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 150°C y 280°C.

11.- El proceso según la reivindicación 10, CARACTERIZADO porque la columna comprende una entre 0,001 y 0,05 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 180°C y 240°C.

12.- Un proceso para la reducción de la concentración de contaminantes orgánicos persistentes (POPs) en aceites de pescado, CARACTERIZADO porque comprende las etapas de:

- contactar el aceite de pescado con la composición de fluido acarreador según la reivindicación 3 para formar una mezcla de aceite de pescado y fluido acarreador, donde dicha mezcla comprende entre alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso de la composición de fluido acarreador;
- alimentar la mezcla formada a una columna de destilación de senda corta que comprende un evaporador para generar un destilado y un residuo; y

- c) coleccionar el residuo desde la columna, donde el residuo comprende aceite de pescado con una concentraci3n de POPs menor que la concentraci3n de POPs presente en el aceite de pescado antes de contactarse el aceite de pescado con la composici3n de fluido acarreador.

13.- El proceso seg3n la reivindicaci3n 12, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presi3n entre 0,0001 y 0,5 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 150°C y 280°C.

14.- El proceso seg3n la reivindicaci3n 13, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presi3n entre 0,001 y 0,05 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 180°C y 240°C.

15.- El proceso seg3n la reivindicaci3n 12, CARACTERIZADO porque la composici3n de fluido acarreador adicionalmente contiene al menos uno de los siguientes etil 3steres de 3cidos grasos:

Etil 3ster del 3cido graso	Concentraci3n m3xima en la composici3n (% en peso)
Etil 3ster del 3cido Tetradecanoico (3cido Mir3stico C14:0)	20
Etil 3ster del 3cido Palm3tico (C16:0)	15
Etil 3ster del 3cido Palmitol3ico (C16:1)	40
Etil 3ster del 3cido Este3rico (C18:0)	5
Etil 3ster del 3cido Oleico (C18:1)	30
Etil 3ster del 3cido Linoleico (C18:2n6)	10
Etil 3ster del 3cido α-Linol3nico (C18:3n6)	5
Etil 3ster del 3cido γ-Linol3nico (C18:3n3)	5
Etil 3ster del 3cido Estearidonico (3cido Mor3ctico C18:4n3)	15
Etil 3ster del 3cido Eicosanoico (3cido Araqu3dico C20:0)	15
Etil 3ster del 3cido Eicosatetraenoico (3cido Araquid3nico C20:4n6)	20
Etil 3ster del 3cido Docosanoico (3cido Beh3nico C22:0)	5
Etil 3ster del 3cido Cetoleico (C22:1n11)	10
Etil 3ster del 3cido Er3cico (C22:1n9)	20
Etil 3ster del 3cido Docosadienoico (C22:2 cis 13,16)	20
Etil 3ster del 3cido Docosapentaenoico (C22:5n3)	30
Etil 3ster del 3cido Tetracosanoico (3cido Lignoc3rico C24:0)	5
Etil 3ster del 3cido Tetracosaenoico (3cido Nerv3nico C24:1)	5

donde al menos el 75% en peso de la composici3n comprende etil 3steres de 3cidos grasos insaturados.

16.- El proceso según la reivindicación 15, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presión entre 0,0001 y 0,5 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 150°C y 280°C.

17.- El proceso según la reivindicación 15, CARACTERIZADO porque la columna comprende una presión en la columna entre 0,001 y 0,05 mbar y el evaporador comprende una temperatura de entre 180°C y 240°C.

TITULO:

Composición de fluido acarreador que comprende etil ésteres de ácidos grasos y proceso para la reducción de la concentración de contaminantes orgánicos persistentes en aceite de pescado.

RESUMEN:

Se divulgan composiciones de fluido acarreador y su utilización en procesos para la disminución de los niveles de contaminantes orgánicos persistentes, tales como policlorodibenzo-p-dioxinas (PCDDs), policlorodibenzo-p-furanos (PCDDF), policlorobifenilos (PCBs), poli-bromo difeniléteres (PBDEs), hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) y pesticidas como hidrocarburos clorados y toxafenos clorados y canfenos, en aceite de pescado.

Los procesos incluyen destilación al vacío de aceite de pescado en presencia de las composiciones de fluido acarreador para proveer un residuo de aceite de pescado con una concentración reducida de contaminantes orgánicos persistentes.

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property

Organization
International Bureau

(43) International Publication Date
11 July 2013 (11.07.2013)



(10) International Publication Number

WO 2013/102800 A1

(51) International Patent Classification:
C11B 3/00 (2006.01)

(21) International Application Number:
PCT/IB2012/055461

(22) International Filing Date:
9 October 2012 (09.10.2012)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
13/343,348 4 January 2012 (04.01.2012) US

(71) Applicant (for all designated States except US): NAT-
URALIS S.A. [CL/CL]; 6000, Eduardo Frei Montalva,
Quilicura, Santiago, 8700548 (CL).

(72) Inventors; and

(71) Applicants (for US only): HARTING GLADE, Thomas,
Francis [CL/CL]; 6000, Eduardo Frei Montalva,
Quilicura, Santiago, 8700548 (CL). FUENZALIDA
DIAZ, Miguel Angel [CL/CL]; 6000, Eduardo Frei Mont-
alva, Quilicura, Santiago, 8700548 (CL). MARKOVITS
ROJAS, Alejandro [CL/CL]; 6000, Eduardo Frei Mont-
alva, Quilicura, Santiago, 8700548 (CL).

(74) Agent: CLARKE MODET & CO - CHILE; 835, Piso
10, Of. 1001, Huérfanos, Santiago, 8320176 (CL).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,

DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,
RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ,
TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declarations under Rule 4.17:

- as to the identity of the inventor (Rule 4.17(i))
- as to applicant's entitlement to apply for and be granted a
patent (Rule 4.17(ii))
- as to the applicant's entitlement to claim the priority of the
earlier application (Rule 4.17(iii))
- of inventorship (Rule 4.17(iv))

Published:

- with international search report (Art. 21(3))

(54) Title: CARRIER FLUID COMPOSITION COMPRISING FATTY ACIDS ETHYL ESTERS AND PROCESS FOR REDUCING THE CONCENTRATION OF PERSISTENT ORGANIC POLLUTANTS IN FISH OIL

(57) Abstract: Carrier fluid compositions and their use in processes for reducing the concentration of persistent organic pollutants, such as polychlorodibenzo-p-dioxins (PCDDs), polychlorodibenzo-p-furans (PCDDF), polychlorinated biphenyls (PCBs), polybrominated diphenyl ethers (PBDEs), polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs), and pesticides, such as chlorinated hydrocarbons, chlorinated toxaphenes and camphenes, in fish oil are disclosed. The process includes vacuum distillation of the fish oil in the presence of the carrier fluid compositions to provide a fish oil residue having a reduced concentration of persistent organic pollutants.

WO 2013/102800 A1

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 13 - 0077578

Bogotá D.C., Agosto 05 de 2013 - 16:41:03

RECIBIDO DE : CLARKE MODET NI 830.008.643

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	560802480	02/08/2013	77.730.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNIDITARIO	Vr. CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	500.000.00	500.000.00
				\$500.000.00

SON: **QUINIENTOS MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-198109- -00000-0000

Fecha: 2013-08-21 14:39:55 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 36

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mai: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Agosto 5 de 2013 - 16:41:23

35

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 13 - 0082956
		Bogotá D.C., Agosto 21 de 2013 - 09:57:56

RECIBIDO DE : CLARKE MODET					NI 830.008.643
*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
RECIBO DE CA	999999999	82951	21/08/2013		3.480.000.00

*** Conceptos Pagados ***				
CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
7	50005-01-01 SOLICITUDES	1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA ADICIONAL A LAS 10 INIC	30.000.00	210.000.00
				\$210.000.00
=====				

SON: **DOSCIENTOSDIEZ MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 13-198109- -00000-0000
Fecha: 2013-08-21 14:39:55 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 36

PATENTE DE INVENCION ☐

MODELO DE UTILIDAD ☐

Art 33 Decisión 486/00

☐	Indicación que se solicita una patente.
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Descripción de la invención
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☐ Incompleta ☐	

PATENTE DE INVENCION PCT ☒

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☒	Indicación que se solicita una PCT
☒	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☒	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☒ Incompleta ☐	

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

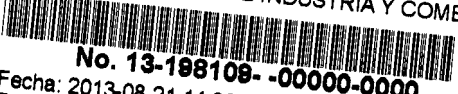
☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐ Incompleta ☐	

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐ Incompleta ☐	

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-198109-00000-0000

Fecha: 2013-08-21 14:39:55 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 36