



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0032131

(51)⁸ A23D 9/007; A23D 9/02; A23C 9/152; (13) B
A23C 9/18

(21) 1-2017-02932

(22) 18/05/2015

(86) PCT/JP2015/064157 18/05/2015

(87) WO2016/113922 21/07/2016

(30) 2015-007119 16/01/2015 JP

(45) 25/06/2022 411

(43) 27/11/2017 356A

(73) TAIYO YUSHI CORP. (JP)

2-7, Moriya-cho, Kanagawa-ku, Yokohama-shi, Kanagawa 221-0022, Japan

(72) HORI Amane (JP); YOSHIDA Takashi (JP); NAKAMURA Toshihiro (JP).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) CHẾ PHẨM BÉO VÀ/HOẶC DẦU ĐỂ SỬ DỤNG TRONG SỮA CÔNG THỨC
DÙNG CHO TRẺ SƠ SINH VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức cho trẻ sơ sinh có nồng độ 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó vừa đủ thấp, chế phẩm này là tuyệt vời về độ ổn định khi bảo quản, và đáp ứng được tiêu chuẩn nhất định về mặt dinh dưỡng. Mục đích của sáng chế đạt được bằng chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức cho trẻ sơ sinh, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu chứa axit linoleic và axit α -linolenic, và có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn, nồng độ 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glyxidol là 0,07ppm hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu đáp ứng được sự cân bằng về dinh dưỡng thích hợp làm sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh và có hàm lượng của 3-MCPD (3-monoclopropan-1,2-diol), glyxidol, và este của axit béo của nó vừa đủ thấp làm chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Khi este của axit béo 3-MCPD (3-monoclopropan-1,2-diol) có trong chất béo và/hoặc dầu ăn được chuyển hóa *in vivo* để nhờ đó tạo ra 3-MCPD, sản phẩm này bị nghi ngờ là gây ung thư và độc.

Trong khi đó, đã có báo cáo là, chất béo và/hoặc dầu chứa DAG (diacylglycerol) ở nồng độ cao chứa glyxidol este của axit béo. Khi glyxidol este của axit béo này được chuyển hóa *in vivo* để nhờ đó tạo ra glyxidol, khả năng gây ung thư và độ độc là được quan tâm. Do đó, mong muốn là chất béo và/hoặc dầu ăn được có hàm lượng 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó thấp.

Tài liệu patent 1 bộc lộ rằng hàm lượng của 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó có thể được làm giảm bằng cách chuyển hóa este chất béo và/hoặc dầu, tiếp theo xử lý bằng đất sét được hoạt hóa bằng axit, và khử mùi ở nhiệt độ thấp. Ngoài ra, Tài liệu patent 1 còn bộc lộ như sau. Theo thông báo của WHO/FAO, mức hấp thu hàng ngày chấp nhận được (*tolerable daily intake: TDI*) của 3-MCPD là 2µg/kg (thể trọng). Với điều kiện là, mức hấp thu trung bình hàng ngày của chất béo và/hoặc dầu là 12,5g đối với người lớn có thể trọng là 60kg, nồng độ dung nạp được của 3-MCPD trong chất béo và/hoặc dầu là 9,6ppm. Tương tự, theo dữ liệu của Học viện liên bang Đức về đánh giá rủi ro (the German Federal Institute for Risk

Assessment: BfR), giới hạn tin cậy thấp hơn mức liều tiêu chuẩn đánh giá được (*benchmark dose lower confidence limit: BMDL10*) của glycidol là 4,06mg/kg (thể trọng), và nồng độ dung nạp được của glycidol trong chất béo và/hoặc dầu là 2,0ppm được tính dựa trên cơ sở giá trị danh giới khi tiếp xúc được sử dụng làm dấu hiệu chỉ thị của Ủy ban an toàn thực phẩm (*Food Safety Commission*) là 10000 hoặc lớn hơn và mức hấp thu trung bình hằng ngày của chất béo và/hoặc dầu là 12,5g đối với người lớn có thể trọng là 60kg.

Mặt khác, sữa bột chế biến để tăng trưởng cho trẻ sơ sinh hoặc trẻ nhỏ là thực phẩm thay thế cho sữa mẹ cần phải đáp ứng được một số tiêu chuẩn nhất định về mặt dinh dưỡng ở Nhật và quốc tế. Chất béo của sữa người chứa một lượng nhất định các axit béo thiết yếu cần thiết cho sự phát triển của trẻ sơ sinh, như axit linoleic, axit α -linolenic, axit arachidonic, và axit docosahexaenoic. Về lý do này, trong hướng dẫn của Đại diện Người tiêu dùng (Consumer Affairs Agency Japan) (Consumer Affairs Agency, Food Labeling Notification No. 277 (June 23, 2011)), tiêu chuẩn được phê chuẩn đối với việc dán nhãn là sữa bột chế biến cho trẻ sơ sinh có hướng dẫn rằng, thành phần trên mỗi 100kcal nên chứa từ 4,4 đến 6,0g chất béo, từ 0,3 đến 1,4g axit linoleic, và 0,05g axit α -linolenic hoặc nhiều hơn.

Tài liệu patent 2 bộc lộ rằng chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu có thành phần axit béo cụ thể được điều chế làm chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu tương tự như sữa người.

Ngoài ra, Tài liệu patent 3 bộc lộ chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu chứa hỗn hợp của dầu cọ ngẫu nhiên hoặc dầu cọ olein ngẫu nhiên với chất béo và/hoặc dầu khác, và bộc lộ rằng chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu này là có thể được sử dụng làm chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu trong chế phẩm dinh dưỡng cho trẻ sơ sinh.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số 2012-136655

Tài liệu patent 2: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số Hei 7-107904

Tài liệu patent 3: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số Hei 2-231037

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề cần được giải quyết theo sáng chế

Như được mô tả trong Tài liệu patent 1, với điều kiện là, mức hấp thu trung bình hằng ngày của chất béo và/hoặc dầu là 12,5g đối với người lớn có thể trọng là 60kg, nồng độ dung nạp được của 3-MCPD thu được từ chất béo và/hoặc dầu là 9,6ppm, và nồng độ dung nạp được của glyxidol là 2,0ppm. Trong khi đó, trẻ sơ sinh và trẻ lớn hơn là khác nhau về mức hấp thu trung bình hằng ngày của chất béo và/hoặc dầu và thể trọng. Ví dụ, với điều kiện là, mức hấp thu trung bình hằng ngày của chất béo và/hoặc dầu là 36,0g đối với trẻ sơ sinh và trẻ lớn hơn có thể trọng là 6kg, nồng độ dung nạp được của 3-MCPD trong chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu là 0,33ppm, và nồng độ dung nạp được của glyxidol là 0,07ppm. Do đó, 3-MCPD và glyxidol là được mong muốn ở các mức nồng độ dung nạp được này hoặc mức thấp hơn.

Khi thực hiện chuyển hóa este, xử lý bằng đất sét được hoạt hóa bằng axit, và khử mùi ở nhiệt độ thấp như được mô tả trong Tài liệu patent 1 có thể làm giảm hàm lượng của 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó. Tuy nhiên, việc chuyển hóa este dầu cọ sẽ làm tăng điểm nóng chảy của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu, và các tinh thể được hình thành ở nhiệt độ thấp, sao cho sự phân bố ở nhiệt độ cao là cần thiết.

Như được mô tả trên đây, một số tiêu chuẩn được thiết lập đối với axit linoleic và axit α -linolenic trong chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh. Hơn nữa, để làm thức ăn thay thế cho sữa mẹ, các chế phẩm này cần phải có thành phần axit béo cụ thể như được mô tả trong Tài liệu patent 2. Axit béo chưa bão hòa ở mức độ cao như axit linoleic và axit α -linolenic lại thường có độ ổn định khi oxy hóa kém, và hương vị sẽ biến đổi theo thời gian khi phân phối ở nhiệt độ cao. Vì lý do này, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu chứa các axit này sẽ được phân phối (thùng bảo quản, xe vận chuyển) ở nhiệt độ thấp. Tuy nhiên, các tinh thể tạo thành trong suốt quá trình phân phối ở nhiệt độ thấp sẽ làm bịt kín lưới lọc khi chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu được vận chuyển (từ

xẻ tải sang thùng), dẫn đến vấn đề cản trở quá trình vận chuyển. Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh cần có độ ổn định khi bảo quản sao cho không có tinh thể được tạo thành trong quá trình phân phối ở nhiệt độ thấp.

Thuật ngữ độ ổn định khi bảo quản được sử dụng ở đây có nghĩa là có hương vị thích hợp mà không tạo thành tinh thể khi phân phối ở nhiệt độ thấp.

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh, chế phẩm này có nồng độ 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó đủ thấp, chế phẩm này còn có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời, và đáp ứng được tiêu chuẩn nhất định về mặt dinh dưỡng.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Mục đích được nêu trên đây của sáng chế sẽ đạt được nhờ chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu chứa axit linoleic và axit α -linolenic, và có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn, nồng độ 3-MCPD là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glyxidol là 0,07ppm hoặc nhỏ hơn. Vì vậy, sáng chế đề xuất chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh là tuyệt vời về dinh dưỡng, độ an toàn, và độ ổn định khi bảo quản.

Các khía cạnh khác của sáng chế có thể là như sau.

[1] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh, chế phẩm này chứa axit linoleic và axit α -linolenic, trong đó chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn, nồng độ 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glyxidol là 0,07ppm hoặc nhỏ hơn.

[2] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo [1], chế phẩm này chứa chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó, và chất béo và/hoặc dầu thứ hai được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó.

[3] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo [1] hoặc [2], trong đó hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất với lượng ít hơn 50% tính theo khối lượng tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu.

[4] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], chế phẩm này chứa axit linoleic với lượng nằm trong khoảng từ 5,0 đến 32,0% tính theo khối lượng và axit α -linolenic với lượng 0,8% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu.

[5] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu không phải là chất béo và/hoặc dầu thứ nhất và chất béo và/hoặc dầu thứ hai.

[6] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], chế phẩm này chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác không phải là chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este.

[7] Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], trong đó chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu được khử mùi ở 200°C hoặc cao hơn cho đến 230°C hoặc thấp hơn.

[8] Sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh chế phẩm này chứa chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7].

[9] Phương pháp sản xuất chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7], phương pháp này bao gồm các bước sau:

(i) trộn chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó với chất béo và/hoặc dầu thứ hai được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó và chất béo và/hoặc dầu thứ ba, tùy ý được chứa trong đó, không phải là chất béo và/hoặc dầu thứ nhất và chất béo và/hoặc dầu thứ hai để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu, và chuyển hóa este hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este;

(ii) khử màu chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este hoặc hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu được điều chế bằng cách incorporating chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este với chất béo và/hoặc dầu tùy ý khác; và

(iii) khử mùi chất béo và/hoặc dầu hoặc hỗn hợp của nó ở 200°C hoặc cao hơn cho đến 230°C hoặc thấp hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu của sáng chế có khả năng tạo ra sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh có sự cân bằng về dinh dưỡng thích hợp làm sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh, đặc biệt là lượng nhất định axit linoleic và axit α -linolenic, và nồng độ của 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó đủ thấp để lượng hấp thụ nó là thấp như mong muốn xét theo quan điểm về độ an toàn.

Ngoài ra, việc sử dụng chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este từ hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu sẽ tạo ra độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời cho chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu dùng làm sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế được sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh.

Thuật ngữ sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh là để chỉ sữa bột được sử dụng làm thức ăn thay thế cho sữa mẹ, và sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh có thành phần tương tự nhất có thể với các thành phần của sữa mẹ trong nhiều trường hợp. Các thành phần chính của sữa mẹ là protein, chất béo, hydrat cacbon, và các chất khác. Về chất béo, sữa người chứa lượng nhất định các axit béo thiết yếu cần thiết cho sự phát triển của trẻ sơ sinh, như axit linoleic, axit α -linolenic, axit arachidonic, và axit docosaheptaenoic.

Theo Hiệp hội Đại diện Người tiêu dùng (Consumer Affairs Agency), tiêu chuẩn được phê chuẩn để dán nhãn cho sữa bột chế biến để dùng cho trẻ sơ sinh là thành phần theo 100kcal nên chứa từ 4,4 đến 6,0g chất béo, từ 0,3 đến 1,4g axit

linoleic, và 0,05g axit α -linolenic hoặc cao hơn. Trong sáng chế này, thuật ngữ "Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh" tức là chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu đáp ứng được tiêu chuẩn về dinh dưỡng này.

Sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh sử dụng chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế chứa axit linoleic và axit α -linolenic, và được ưu tiên hơn là chứa lipid với lượng từ 4,4 đến 6,0g, axit linoleic với lượng từ 0,3 đến 1,4g, và axit α -linolenic với lượng 0,05g hoặc lớn hơn, trên 100kcal của chế phẩm. Nói cách khác, sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh tốt hơn là chứa, từ 5,0 đến 32,0% tính theo khối lượng axit linoleic và 0,8% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn axit α -linolenic làm chất béo và/hoặc dầu.

Có rất nhiều phương pháp để xác định lượng axit linoleic và axit α -linolenic trong chế phẩm chất béo và/hoặc dầu. Trong bản mô tả này, được sử dụng là các giá trị mà được xác định theo phương pháp tiêu chuẩn để phân tích chất béo và/hoặc dầu (2,4,2,2 - 2013, *Fatty Acid Composition, FID temperature-programmed gas chromatography*).

Trong chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu, tỷ lệ giữa axit linoleic và axit α -linolenic (axit linoleic/axit α -linolenic) là tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 15 theo quan điểm về dinh dưỡng.

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh theo sáng chế có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn. Do đó, không có tinh thể nào được tạo thành ở 35°C trong 3 tuần. Do đặc tính này, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu là tuyệt vời về độ ổn định khi bảo quản ở 35°C. Tốt hơn nữa là, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,0%.

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh theo sáng chế có nồng độ 3-MCPD là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,07ppm hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa là, nồng độ 3-MCPD là 0,25ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glycidol là 0,06ppm hoặc nhỏ hơn.

Chất béo và/hoặc dầu thô của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế có thể được chọn để sử dụng sao cho chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu được tạo ra sẽ đáp ứng được các đặc tính được nêu trên đây. Chất béo và/hoặc dầu khác nhau tốt hơn là được sử dụng ở dạng hỗn hợp sao cho, các axit linoleic và axit α -linolenic cụ thể được kết hợp với nhau tuân theo tiêu chuẩn được phê duyệt nêu trên. Ví dụ về chất béo và/hoặc dầu này bao gồm dầu cọ và dầu phân đoạn của dầu cọ như olein của dầu cọ, olein của dầu cọ được phân đoạn kép, stearin của dầu cọ, và phân đoạn giữa của dầu cọ; dầu hạt cọ và dầu phân đoạn của dầu hạt cọ như olein của hạt cọ và stearin của hạt cọ; dầu thực vật như dầu dừa, dầu đậu nành, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hạt hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hạt hướng dương hàm lượng oleic cao, dầu hạt cải hàm lượng oleic cao, dầu hạt bông, dầu cám gạo, dầu vừng, dầu oliu, dầu lạc, và dầu cacao; dầu động vật như dầu cá, mỡ bò, và mỡ lợn; và các loại tương tự khác. Ngoài ra, còn có thể sử dụng dầu phân đoạn của chất béo và/hoặc dầu sau cùng.

Hỗn hợp được ưu tiên là, ví dụ, hỗn hợp của dầu cọ hoặc dầu phân đoạn của nó với dầu hạt cọ hoặc dầu phân đoạn của nó, và chất béo và/hoặc dầu khác nữa cũng có thể được kết hợp vào cùng.

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế tốt hơn là chứa chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó, và chất béo và/hoặc dầu thứ hai được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó.

Dầu phân đoạn của dầu cọ tức là chất béo và/hoặc dầu thu được bằng cách phân đoạn dầu cọ, và bao gồm olein của dầu cọ, olein của dầu cọ được phân đoạn kép, stearin của dầu cọ, phân đoạn giữa của dầu cọ, và các loại tương tự khác. Được ưu tiên là olein của dầu cọ và olein của dầu cọ được phân đoạn kép.

Dầu phân đoạn của dầu hạt cọ tức là chất béo và/hoặc dầu thu được bằng cách phân đoạn dầu hạt cọ, và bao gồm olein của hạt cọ, stearin của hạt cọ, và các loại tương tự khác. Được ưu tiên là olein của hạt cọ.

Theo sáng chế, trong trường hợp sử dụng chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu chứa chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của mỗi chất béo và/hoặc

dầu được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó, nồng độ 3-MCPD có thể được giảm một cách thích hợp, nhưng độ ổn định khi bảo quản là kém. Vì lý do này, chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este được điều chế từ hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu chứa chất béo và/hoặc dầu được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó cũng như chất béo và/hoặc dầu được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó. Quá trình này có thể làm giảm một cách hiệu quả nồng độ 3-MCPD đến mức an toàn để làm sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh, và để thu được chất béo và/hoặc dầu là tuyệt vời về độ ổn định khi bảo quản.

Trong trường hợp mà khi chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế chứa chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este nêu trên, hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất (chất béo và/hoặc dầu được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó) tốt hơn là với lượng ít hơn 50% tính theo khối lượng tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu. Đó là do chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế có độ ổn định tuyệt vời khi bảo quản với chất béo và/hoặc dầu thứ nhất trong phạm vi này. Tốt hơn nữa là, lượng chất béo và/hoặc dầu thứ nhất là 40% tính theo khối lượng hoặc nhỏ hơn tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu. Tốt hơn là, chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được đưa vào với lượng 20% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu.

Tỷ lệ của chất béo và/hoặc dầu thứ nhất với chất béo và/hoặc dầu thứ hai là tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20/80 đến 80/20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30/70 đến 70/30, và được ưu tiên hơn nữa là từ 40/60 đến 60/40.

Hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este có thể chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu thứ ba không phải là chất béo và/hoặc dầu thứ nhất và chất béo và/hoặc dầu thứ hai.

Chất béo và/hoặc dầu thứ ba là không bị giới hạn, miễn là axit linoleic và axit α -linolenic là nằm trong phạm vi tiêu chuẩn được phê duyệt. Ví dụ về chất béo và/hoặc dầu thứ ba bao gồm dầu lỏng như dầu đậu nành, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hạt hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hạt hướng dương hàm lượng

oleic cao, và dầu hạt cải hàm lượng oleic cao. Được ưu tiên hơn là dầu đậu nành và dầu hạt cải.

Trong trường hợp chứa chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este nêu trên, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác không phải là chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este. Chất béo và/hoặc dầu này là không bị giới hạn, miễn là axit linoleic và axit α -linolenic là nằm trong phạm vi mục tiêu. Ví dụ về chất béo và/hoặc dầu bao gồm dầu lỏng như dầu đậu nành, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hạt hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hạt hướng dương hàm lượng oleic cao, và dầu hạt cải hàm lượng oleic cao. Được ưu tiên hơn là dầu đậu nành và dầu hạt cải.

Chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este là tốt hơn là được đưa vào với lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 100% khối lượng, tốt hơn nữa là được đưa vào với lượng từ 60 đến 100% khối lượng, tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế.

Phương pháp sản xuất chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu

Theo phương án trong đó chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế chứa chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este nêu trên, phương pháp sản xuất chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu là phương pháp bao gồm các bước sau:

(i) trộn chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó với chất béo và/hoặc dầu thứ hai được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó và chất béo và/hoặc dầu thứ ba, tùy ý được chứa trong đó, để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu, và chuyển hóa este hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este;

(ii) khử màu chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este hoặc hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu được điều chế bằng cách incorporating chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este với chất béo và/hoặc dầu tùy ý khác; và

(iii) khử mùi chất béo và/hoặc dầu hoặc hỗn hợp của nó đã được khử màu ở 200°C hoặc cao hơn cho đến 230°C hoặc thấp hơn.

Làm phương pháp chuyển hóa este trong phương pháp chế biến theo sáng chế, phương pháp bất kỳ mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết có thể được thực hiện. Tuy nhiên, phương pháp chuyển hóa este hóa học bằng cách sử dụng chất xúc tác kim loại là được ưu tiên thực hiện.

Phương án được ưu tiên hơn nữa về phương pháp sản xuất theo sáng chế khác biệt ở chỗ, ít nhất các bước (1) đến (3) được thực hiện. Các bước này là: bước chuyển hóa este (1) bằng cách sử dụng chất xúc tác kim loại, bước khử màu (2), và bước khử mùi (3).

Bước chuyển hóa este (1) bằng cách sử dụng chất xúc tác kim loại

Trước hết, theo phương pháp thông thường, chuyển hóa este hóa học được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác kim loại, tốt hơn là với sự có mặt của natri metylat, theo cách mà phần trăm chuyển hóa este là 90% hoặc lớn hơn. Bước chuyển hóa este được thực hiện dưới áp suất giảm bằng cách khuấy trong điều kiện đun nóng ở nhiệt độ khoảng từ 50 đến 120°C. Hơn nữa, thời gian phản ứng của bước chuyển hóa este thường là từ 10 phút đến 60 phút. Tuy nhiên, trong sáng chế, cần phải thực hiện bước chuyển hóa este trong thời gian 10 phút hoặc lớn hơn, tốt hơn là khoảng từ 20 đến 60 phút, theo cách mà phần trăm chuyển hóa este là 90% hoặc lớn hơn. Tiếp theo, nước được thêm vào để chấm dứt phản ứng, và dung dịch trong nước của axit xitric cũng có thể được thêm vào.

Chất xúc tác có thể được sử dụng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% tính theo khối lượng so với khối lượng của chất béo và/hoặc dầu thô được chuyển hóa este.

Bước khử màu (2)

Chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este thu được ở bước (1) được khử màu theo phương pháp thông thường. Về chất hấp thụ được sử dụng trong bước khử màu, đất sét được hoạt hóa bằng axit là được ưu tiên sử dụng, và được ưu tiên hơn là cacbon hoạt tính được sử dụng trong hỗn hợp. Để thực hiện bước khử màu một cách hiệu quả trong thời gian ngắn hơn, nên thực hiện bước trộn và khuấy dưới áp suất giảm (thường là 6,7kPa hoặc nhỏ hơn) trong khi kết hợp đun nóng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90 đến 120°C. Bước trộn và khuấy nên được thực hiện trong

khoảng 30 phút, mặc dù thời gian này sẽ thay đổi tùy thuộc vào lượng xử lý và các yếu tố khác.

Bước khử mùi (3)

Bước khử mùi không bị giới hạn cụ thể, trừ điều kiện về nhiệt độ (từ 200 đến 230°C). Bước này có thể là phương pháp khử mùi bằng cách chưng cất hơi dưới áp suất giảm như vẫn thường được sử dụng trong việc khử mùi chất béo và/hoặc dầu ăn được.

Theo sáng chế, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu có nồng độ glyxidol là 0,07ppm hoặc nhỏ hơn có thể thu được nhờ bước khử mùi được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ tinh luyện bình thường của chất béo và/hoặc dầu, tức là, tốt hơn là ở 200°C hoặc cao hơn cho đến 230°C hoặc thấp hơn, được ưu tiên hơn là 210°C hoặc cao hơn cho đến 220°C hoặc thấp hơn. Nếu nhiệt độ khử mùi là thấp hơn 200°C, hàm lượng của glyxidol cũng có thể được giảm thêm, nhưng các thành phần mùi có thể không bị loại bỏ một cách hiệu quả ra khỏi chất béo và/hoặc dầu, làm cho chất lượng của sản phẩm bị hư hại. Do đó, nhiệt độ khử mùi nhỏ hơn 200°C là không được ưu tiên.

Mặt khác, nếu nhiệt độ khử mùi lớn hơn 230°C, hàm lượng của glyxidol gia tăng. Do đó, nhiệt độ này cũng không được ưu tiên. Đặc biệt là, ở 260°C hoặc cao hơn, hàm lượng của các thành phần này gia tăng đáng kể. Do đó, nhiệt độ này đặc biệt cũng không được ưu tiên.

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu thu được bằng phương pháp điều chế được mô tả trên đây có nồng độ 3-MCPD, glyxidol, và este của axit béo của nó thấp, thậm chí sau cả bước khử mùi. Nồng độ 3-MCPD được giảm xuống còn 0,33ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glyxidol được giảm xuống còn 0,07ppm hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, hương vị cũng được ưa thích.

Cần lưu ý rằng, trong chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu, 3-MCPD và glyxidol lần lượt có mặt ở dạng este của axit béo 3-MCPD và este của axit béo glyxidol. Tuy nhiên, bản mô tả sáng chế này sẽ biểu hiện các chất này bằng thuật ngữ "nồng độ 3-MCPD" và "nồng độ glyxidol" trong chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu bằng cách sử dụng các giá trị được xác định như là 3-MCPD và glyxidol.

Sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh

Sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh theo sáng chế chứa chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế mô tả trên đây, và còn chứa thành phần tùy ý được đưa vào sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh.

Ví dụ về thành phần tùy ý bao gồm nguồn protein, nguồn hydrat cacbon, vitamin, chất khoáng, các thành phần dinh dưỡng khác, và các thành phần tương tự khác.

Sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh chứa chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo sáng chế với lượng, ví dụ, từ 10 đến 30% khối lượng, nhưng không bị giới hạn ở lượng này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ điều chế 1

Trước hết, 20kg olein của dầu cọ được loại nước dưới áp suất giảm 4kPa ở 90°C trong 30 phút. 0,12 phần tính theo khối lượng của natri metylat (tên sản phẩm: Natri Metylát, được sản xuất bởi Nippon Soda Co., Ltd.) được thêm vào 100 phần tính theo khối lượng olein của dầu cọ, và được đưa vào chuyển hóa este hóa học dưới áp suất giảm 4kPa ở 90°C trong 30 phút. 50 phần tính theo khối lượng của nước được thêm vào 100 phần tính theo khối lượng olein của dầu cọ, và được trộn nhẹ để làm ngừng phản ứng chuyển hóa este hóa học. Chất tạo thành được để yên ở 70°C trong 30 phút, và lượng xà phòng được loại bỏ, tiếp theo loại nước dưới áp suất giảm 4kPa ở 90°C trong 30 phút. Theo cách được mô tả trên đây, chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hợp chất theo Ví dụ điều chế 1 được điều chế.

Ví dụ điều chế 2

Chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hợp chất theo Ví dụ điều chế 2 được điều chế bằng cách chuyển hóa este chất béo và/hoặc dầu theo thành phần được thể hiện trong Bảng 1 trong các điều kiện giống như các điều kiện ở Ví dụ điều chế 1.

Ví dụ điều chế 3

Chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hợp chất theo Ví dụ điều chế 3 được điều chế bằng cách chuyển hóa este chất béo và/hoặc dầu theo thành phần được thể hiện trong Bảng 1 trong các điều kiện giống như các điều kiện ở Ví dụ điều chế 1.

Ví dụ điều chế 4

Chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hợp chất theo Ví dụ điều chế 4 được điều chế bằng cách chuyển hóa este chất béo và/hoặc dầu theo thành phần được thể hiện trong Bảng 1 trong các điều kiện giống như các điều kiện ở Ví dụ điều chế 1.

Ví dụ 1

Chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este của hợp chất theo Ví dụ điều chế 2 với lượng 67 phần tính theo khối lượng được trộn với 21 phần tính theo khối lượng của dầu đậu nành và 12 phần tính theo khối lượng của dầu hạt cải. 2,0 phần tính theo khối lượng của đất sét được hoạt hóa bằng axit (tên sản phẩm: Galleon Earth V2, được sản xuất bởi Mizusawa Industrial Chemicals, Ltd.) được thêm vào 100 phần chất béo và/hoặc dầu, để khử màu ở áp suất bình thường ở 90°C trong 60 phút. Đất sét được hoạt hóa bằng axit được loại bỏ bằng cách lọc dưới áp suất giảm bằng cách sử dụng giấy lọc (tên sản phẩm: Toyo Filter Paper No. 2, được sản xuất bởi Advantec) và chất trợ lọc (tên sản phẩm: Silica #600H, được sản xuất bởi Chuo Silika Co., Ltd.). Nhờ đó, thu được dầu đã được khử màu. Dầu đã được khử màu này với lượng 15kg được khử mùi trong các điều kiện 210°C, 75 phút, mức chân không là 0,4kPa hoặc nhỏ hơn, và lượng hơi được tạo ra: 3,0% (tương ứng với lượng dầu tính theo khối lượng). Do đó, thu được dầu đã được khử mùi.

Ví dụ 2, 3, 4, 5, 6 và Ví dụ so sánh 1, 2

Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu được tạo ra bằng cách khử màu và khử mùi chất béo và/hoặc dầu theo thành phần như được thể hiện trong Bảng 2 trong các điều kiện giống như các điều kiện ở Ví dụ 1.

Chất béo và/hoặc dầu thu được từ các Ví dụ điều chế, Ví dụ và Ví dụ so sánh được xác định về hàm lượng 3-MCPD và glycidol bằng các phương pháp phân tích được mô tả dưới đây. Ngoài ra, các phân tích về hương vị, điểm nóng chảy, thử

nghiệm về bảo quản, hàm lượng chất béo rắn, và thành phần axit béo cũng được thực hiện. Bảng 3 thể hiện các kết quả phân tích này.

Phương pháp phân tích đối với 3-MCPD chẳng hạn

Các phép đo được thực hiện theo "DFG Standard Methods, Section C-Fats C-IV 18 (10)."

1. Dung dịch tiêu chuẩn

Đối với tất cả các dung dịch gốc tiêu chuẩn và dung dịch tiêu chuẩn sau đây, toluen được sử dụng làm dung môi.

1) 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., $\geq 98\%$)

dung dịch gốc tiêu chuẩn 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 1000ppm)

dung dịch tiêu chuẩn 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 40ppm)

2) d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., $\geq 98\%$)

* được sử dụng làm chất thay thế

dung dịch gốc tiêu chuẩn d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 1000ppm)

dung dịch tiêu chuẩn d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 40ppm)

3) Glycidyl stearat (được sản xuất bởi TCI, $96\% \geq$)

dung dịch gốc tiêu chuẩn glycidyl stearat (khoảng 1000ppm)

dung dịch tiêu chuẩn glycidyl stearat (khoảng 40ppm)

2. Chất phản ứng

1) Nước siêu tinh khiết

2) Toluene (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., để phân tích về gốc có tác dụng trừ sâu, nồng độ gấp 5000 lần)

3) t-Butyl methyl ete (t-BME) (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., để phân tích về gốc có tác dụng trừ sâu, nồng độ gấp 5000 lần)

4) Metanol (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., để phân tích về gốc có tác dụng trừ sâu, nồng độ gấp 5000 lần)

5) Hexan (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., để phân tích về gốc có tác dụng trừ sâu, nồng độ gấp 5000 lần)

6) Etyl axetat (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., để phân tích về gốc có tác dụng trừ sâu, nồng độ gấp 5000 lần)

7) Dietyl ete (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., để phân tích về gốc có tác dụng trừ sâu, nồng độ gấp 5000 lần)

8) Isooctan

9) Natri metoxit

10) Dung dịch natri metoxit-metanol (25g/l): thể tích được thiết lập sao cho 0,25g natri metoxit được hòa tan trong mỗi 10ml bằng cách sử dụng metanol <*được điều chế khi được sử dụng (thời hạn bảo quản dài là không thể bởi vì natri metoxit là dễ dàng bị phá vỡ trong nước)>

11) Natri clorua (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., loại đặc biệt)

12) Dung dịch natri clorua (dung dịch NaCl 200g/l): 50g natri clorua được hòa tan trong nước siêu tinh khiết để thu được thể tích 250ml

13) Natri bromua (được sản xuất bởi Kanto Chemical Co., Inc., loại đặc biệt)

14) Dung dịch nước của natri bromua (dung dịch NaBr 600g/l)

15) Axit sulfuric (25%, 6N): axit sulfuric (96%, 36N) được pha loãng đến 6 lần

Ví dụ sau khi 10ml axit sulfuric (96%, 36N) được thêm vào 50ml nước siêu tinh khiết, thể tích được đưa tới 60ml

16) Dung dịch nước axit của natri clorua (200g/l): 35ml axit sulfuric (25%) được thêm vào 1 lít dung dịch nước của natri clorua

Ví dụ 20ml dung dịch nước của natri clorua + 700µl axit sulfuric (25%)

17) Dung dịch nước axit của natri bromua (nước muối không chứa clorua): 35ml axit sulfuric (25%) được thêm vào 1 lít dung dịch nước của natri bromua (600g/l)

Ví dụ 20ml dung dịch nước của natri bromua + 700 μ l axit sulfuric (25%)

18) Axit phenylboronic (PBA)

19) Chất phản ứng dẫn xuất hóa: axit phenylboronic được hòa tan trong diethyl ete để đạt tới trạng thái bão hòa với một số chất kết tủa <*được điều chế khi được sử dụng>

3. Thiết bị

1) Pipet Pasteur

2) Xylanh có chia khắc: 25ml, 50ml, 100ml

3) Bình lường thể tích: 5ml, 10ml

4) Pipetman: P-5000, P-1000, P-200

5) Lọ có ren (bằng thủy tinh, dung tích: 1,5ml)

6) Xy-ranh

7) Bộ lọc (kỵ nước)

4. Phương pháp phân tích

1) Mẫu với lượng 100mg ($\pm$ 0,5mg) được thu vào lọ có ren dung tích 1,5ml.

2) Làm chất thay thế, 100 μ l dung dịch tiêu chuẩn d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 50ppm) và 100 μ l t-butyl metyl ete được thêm vào đó và được khuấy.

※ Để kiểm tra tính trạng nhiễm bẩn, mẫu (ví dụ, dầu oliu siêu tinh khiết) mà từ đó 3-MCPD và các chất khác nữa không được phát hiện ra sẽ được phân tích. Hơn nữa, 100 μ l dung dịch tiêu chuẩn 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 40ppm) được thêm vào mẫu đã được pha, cùng với chất thay thế, và tỷ lệ thu hồi được kiểm tra.

3) Sau khi 200 μ l dung dịch natri metoxit-metanol được thêm vào và được khuấy, hỗn hợp phản ứng được để phản ứng ở nhiệt độ bình thường trong từ 3,5 đến 5,5 phút.

4) Để chấm dứt phản ứng, 600 μ l dung dịch nước axit của natri clorua được thêm vào phân tích [A], và 600 μ l dung dịch nước axit của natri bromua được thêm vào phân tích [B].

5) Sau 600 μ l hexan được thêm vào và được khuấy, hỗn hợp phản ứng được để yên trong 5 phút hoặc lâu hơn, và lớp hexan được loại bỏ. Một lần nữa, 600 μ l hexan được thêm vào, và việc thực hiện tương tự được lặp lại.

6) Sau khi 600 μ l dung dịch hỗn hợp chứa diethyl ete/ethyl axetat (6:4) được thêm vào và được khuấy, lớp dung môi được thu hồi vào một lọ nhỏ chứa natri sulfat (khan). Việc thực hiện tương tự được lặp lại thêm hai lần nữa.

7) Sau khi 100 μ l dung dịch PBA được thêm vào để dẫn xuất hóa, chất tạo thành được rắn hóa đến khô bằng cách thổi khí nitơ vào.

8) Chất rắn được hòa tan lại trong 1ml isooctan, được lọc bằng bộ lọc, và tiếp theo được phân tích bằng phương pháp GC/MS.

5. Hệ và các điều kiện phân tích

Hệ: GC/MS (5975C/7890A được sản xuất bởi Agilent Technologies)

Cột: DB-17MS có đường kính trong là 0,25mm $\times$ 30m và độ dày của màng là 0,25 μ m

Lượng truyền: 2 μ l

Nhiệt độ cửa truyền vào: 240°C

Thời gian phân tách: 1,5 phút

Tốc độ dòng tách: 20ml/phút

Khí mang: heli, 1,2ml/phút, tốc độ chảy là không đổi

Nhiệt độ lò: 85°C (0,5 phút) $\rightarrow$ 6°C/phút $\rightarrow$ 150°C $\rightarrow$ 12°C/phút $\rightarrow$ 180°C $\rightarrow$ 25°C/phút $\rightarrow$ 280°C (7 phút)

Ion hóa: EI (dương)

Các ion đo được: 3-MCPD m/z = 147 (để định lượng); 146, 196, và 198 (để khẳng định)

3-MCPD-d5 m/z = 150 (chất thay thế); 149, 201, và 203 (để khẳng định)

Nhiệt độ nguồn ion: 250°C

Mạch bốn cực: 150°C

6. Phương pháp định lượng

Phương pháp chuẩn nội

d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este được thêm vào làm chất thay thế được chuyển hóa dưới dạng dịch cô đặc d5-3-MCPD, và tỷ lệ diện tích thu được bằng cách chia giá trị diện tích của 3-MCPD cho giá trị diện tích của chất thay thế rồi nhân với nồng độ chất thay thế để tính được nồng độ của 3-MCPD.

Giá trị định lượng = nồng độ chất thay thế × giá trị diện tích 3-MCPD/giá trị diện tích chất thay thế

Giá trị định lượng thu được ở trên được chia cho lượng mẫu thu được để xác định nồng độ trong mẫu.

Lượng 3-MCPD [ppm] = Giá trị định lượng [µg/l]/lượng mẫu thu thập được [mg]

✖ Lượng 3-MCPD—FS được tính trong phân tích [A], trong khi lượng 3-MCPD mà glyxidol được loại bỏ ra khỏi đó được xác định trong phân tích [B].

Từ các kết quả xác định trong các phân tích [A] và [B], lượng 3-MCPD được trừ đi từ lượng 3-MCPD—FS, và sự khác nhau được nhân với hệ số chuyển hóa glyxidol để tính được lượng glyxidol.

Lượng glyxidol [ppm] = (Lượng 3-MCPD—FS theo [A] – lượng 3-MCPD theo [B]) × hệ số chuyển hóa glyxidol

Tính toán hệ số chuyển hóa glyxidol

Hệ số chuyển hóa từ glyxidol thành 3-MCPD được tính bằng cách tạo ra đường cong định cỡ trong [A] với sự có mặt của clorua. Glyxidol (làm este glyxidol) ở nhiều nồng độ được thêm vào mẫu chất béo và/hoặc dầu, mẫu này không bị nhiễm bẩn, và được xử lý theo phân tích [A]. Kết quả là, thu được đường cong định cỡ y=

$mx + n$. Hàm nghịch đảo của đoạn dốc là tương đương với hệ số chuyển hóa glyxidol t .

Hệ số chuyển hóa glyxidol $t = 1/m$

Phương pháp thử nghiệm bảo quản (tinh thể và Hương vị)

1. 450g chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu được đưa vào cốc mỏ bằng thủy tinh dung tích 500ml, và được đậy kín (bọc chặt).

2. Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu được đưa vào cốc mỏ bằng thủy tinh dung tích 500ml được bảo quản trong khoang tĩnh nhiệt được đặt đến 1 khoảng nhiệt độ (30°C , 35°C).

3. Sự có mặt hoặc vắng mặt của các tinh thể được kiểm tra bằng mắt vào thời gian 3 ngày, 1 tuần, 2 tuần, và 3 tuần sau khi bắt đầu bảo quản.

Trong Bảng 2, "○" tức là không có tinh thể nào được quan sát thấy. "×" tức là các tinh thể được quan sát thấy rõ ràng.

4. Hương vị được kiểm tra vào thời gian 3 ngày, 1 tuần, 2 tuần, và 3 tuần sau khi bắt đầu bảo quản.

In Bảng 2, "Y" tức là không có sự thay đổi về hương vị ban đầu. "×" tức là có sự thay đổi của hương vị ban đầu.

Phương pháp phân tích đối với Chế phẩm axit béo

Chế phẩm axit béo được phân tích bằng phương pháp tiêu chuẩn để phân tích chất béo và/hoặc dầu (2,4,2,2 - 2013, Chế phẩm axit béo, Phương pháp sắc ký khí theo chương trình dựa trên nhiệt độ của FID).

Phương pháp phân tích đối với điểm nóng chảy

Điểm nóng chảy được phân tích bằng phương pháp tiêu chuẩn để phân tích chất béo và/hoặc dầu (3,2,2,2 - 2013, điểm nóng chảy (tăng điểm nóng chảy)).

Phương pháp phân tích hàm lượng chất béo rắn

Hàm lượng chất béo rắn được phân tích bằng phương pháp tiêu chuẩn để phân tích chất béo và/hoặc dầu (2,2,9 - 2013, hàm lượng chất béo rắn (phương pháp NMR)).

Kết quả

Mỗi loại chất béo và/hoặc dầu của các Ví dụ từ 1 đến 6 có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn và nồng độ 3-MCPD và glyxidol lần lượt là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn và 0,07ppm hoặc nhỏ hơn. Trong các chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu này, không có tinh thể nào được tạo thành ở 30°C trong 3 ngày và ở 35°C trong 3 tuần hoặc lâu hơn. Độ ổn định khi bảo quản là tuyệt vời.

Ngược lại, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu của Ví dụ so sánh 2 có chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu dạng thô giống như Ví dụ 1 nhưng không chuyển hóa este có hàm lượng chất rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn, không có tinh thể nào được tạo thành ở 30°C và 35°C trong 3 tuần, và độ ổn định khi bảo quản là tuyệt vời. Tuy nhiên, mức 3-MCPD lại vượt quá xa nồng độ dung nạp được. Trong khi đó, chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu của Ví dụ so sánh 1 có chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu dạng thô giống như Ví dụ 1, nhưng chỉ có olein của dầu cọ là được chuyển hóa este. Nồng độ 3-MCPD và glyxidol lần lượt là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn và 0,07ppm hoặc nhỏ hơn. Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu này có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,6%, các tinh thể được tạo thành ở 35°C trong 1 tuần, và độ ổn định khi bảo quản là không tuyệt vời.

Bảng 1

Chất béo/dầu dạng thô	Ví dụ điều chế về chất béo/dầu được chuyển hóa este			
	1	2	3	4
Dầu cọ	-	-	-	-
Olein của dầu cọ	100	55	42	37
Olein của hạt cọ	-	45	34	30
Dầu đậu nành	-	-	24	21
Dầu hạt cải	-	-	-	12
Tổng	100	100	100	100
Lượng chất xúc tác được thêm vào (%)	0,12	0,12	0,12	0,12
Nhiệt độ phản ứng xúc tác (°C)	90	90	90	90

Bảng 2

Chất béo/dầu dạng thô	Ví dụ						Ví dụ so sánh	
	1	2	3	4	5	6	1	2
Dầu cọ	-	-	-	-	-	-	-	-
Olein của dầu cọ	-	-	-	-	-	-	-	37
Olein của hạt cọ	-	-	11	-	15	-	30	30
Dầu đậu nành	21	-	22,8	-	18	-	21	21
Dầu hạt cải	12	12	-	-	3	-	12	12
Dầu hạt hướng dương hàm lượng oleic cao	-	-	-	-	-	15	-	-
Dầu rum	-	-	-	-	-	12	-	-
Dầu tía tô	-	-	-	-	0,5	5,2	-	-
Ví dụ điều chế 1	-	-	-	-	-	-	37	-
Ví dụ điều chế 2	67	-	66,2	-	63,5	67,8	-	-
Ví dụ điều chế 3	-	88	-	-	-	-	-	-
Ví dụ điều chế 4	-	-	-	100	-	-	-	-
Tổng	100	100	100	100	100	100	100	100
Dầu chuyển hóa este có thể được sử dụng hoặc không	Được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Không được sử dụng
Khử màu: Lượng đất sét được thêm vào	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Khử mùi: nhiệt độ khử mùi (°C)	210	210	210	210	210	210	210	210
C12-0	12,2	12,7	16,8	12,4	17,7	12,5	12,4	12,3
C16-0	20,4	19,9	21,0	20,4	20,3	19,2	20,4	20,6
cis C18-1	35,9	35,9	31,0	36,3	32,3	38,9	35,7	35,9
cis C18-2	18,3	17,9	17,1	17,9	15,0	15,8	18,3	18,2
cis C18-3	2,6	2,5	1,5	2,3	1,6	3,1	2,5	2,5
cis C18-2/cis C18-3	7,0	7,2	11,4	7,8	9,1	5,2	7,3	7,4

Bảng 3

Chất béo/dầu dạng thô	Ví dụ												Ví dụ so sánh			
	1		2		3		4		5		6		1		2	
Hương vị ban đầu và phân tích điểm nóng chảy																
Hương vị	ưa thích		ưa thích		ưa thích		ưa thích		ưa thích		ưa thích		ưa thích		ưa thích	
Điểm nóng chảy (°C)	25,8		24,3		25,3		25,4		25,8		26,1		27,1		16,2	
Phân tích 3-MCPD và glyxidol																
3-MCPD (ppm)	0,13		0,21		0,14		0,21		0,24		0,20		0,24		1,00	
glyxidol (ppm)	0,01		0,03		0,05		0,01		0,03		0,03		0,04		0,04	
Thử nghiệm về bảo quản (Tinh thể, hương vị)	tinh thể	hươ ng vị	tinh thể	hươ ng vị	tinh thể	hương vị	tinh thể	hươ ng vị	tinh thể	hươn g vị	tinh thể	hươn g vị	tinh thể	hương vị	tinh thể	hương vị
bảo quản ở 30°C																
3 ngày	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
1 tuần	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	○	○
2 tuần	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	○	○
3 tuần	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	×	○	○	○
bảo quản ở 35°C																
3 ngày	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
1 tuần	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
2 tuần	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
3 tuần	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
Hàm lượng chất béo rắn (%)																
25°C	3,5		2,1		3,8		1,9		3,6		4,0		3,8		0,0	
30°C	0,2		0,0		0,0		0,0		0,3		1,0		1,7		0,0	
35°C	0,0		0,0		0,0		0,0		0,0		0,0		0,6		0,0	
45°C	0,0		0,0		0,0		0,0		0,0		0,0		0,2		0,0	

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh, chế phẩm này chứa axit linoleic và axit α -linolenic,

trong đó chế phẩm béo và/hoặc dầu có hàm lượng chất béo rắn ở 35°C là 0,5% hoặc nhỏ hơn, nồng độ của 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) là 0,33ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ của glyxidol là 0,07ppm hoặc nhỏ hơn và

trong đó, chế phẩm béo và/hoặc dầu này chứa:

chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este về mặt hóa học của hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó, và chất béo và/hoặc dầu thứ hai được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó;

chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este của hỗn hợp chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất, chất béo và/hoặc dầu thứ hai, và chất béo và/hoặc dầu thứ ba, trong đó chất béo và/hoặc dầu thứ ba được chọn từ nhóm bao gồm dầu đậu nành, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hạt hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hạt hướng dương hàm lượng oleic cao, và dầu hạt cải hàm lượng oleic cao.

2. Chế phẩm béo và/hoặc chế phẩm dầu theo điểm 1, trong đó hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este về mặt hóa học chứa chất béo và/hoặc dầu thứ nhất với lượng 20% khối lượng hoặc cao hơn và nhỏ hơn 50% khối lượng tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc dầu.

3. Chế phẩm béo và/hoặc dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm này chứa axit linoleic với lượng nằm trong khoảng từ 5,0 đến 32,0% tính theo khối lượng và axit α -linolenic với lượng 0,8% tính theo khối lượng hoặc nhiều hơn tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc dầu.

4. Chế phẩm béo và/hoặc dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chế phẩm này chứa chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este về mặt hóa học với

lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 100% khối lượng tương ứng với tổng khối lượng của chế phẩm béo và/hoặc dầu.

5. Chế phẩm béo và/hoặc dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chế phẩm này chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác không phải là chất béo và/hoặc dầu đã được chuyển hóa este về mặt hóa học.

6. Chế phẩm béo và/hoặc dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó chế phẩm béo và/hoặc dầu được khử mùi ở 200°C hoặc cao hơn cho đến 230°C hoặc thấp hơn.

7. Sữa công thức dùng cho trẻ sơ sinh chứa chế phẩm béo và/hoặc dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.

8. Phương pháp sản xuất chế phẩm béo và/hoặc dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

(i) trộn chất béo và/hoặc dầu thứ nhất được chọn từ dầu cọ và dầu được phân đoạn của nó với chất béo và/hoặc dầu thứ hai được chọn từ dầu hạt cọ và dầu được phân đoạn của nó và chất béo và/hoặc dầu thứ ba, tùy ý được chứa trong đó, khác với chất béo và/hoặc dầu thứ nhất và chất béo và/hoặc dầu thứ hai để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu, và chuyển hóa este về mặt hóa học hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este về mặt hóa học;

(ii) khử màu chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este về mặt hóa học hoặc hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu được điều chế bằng cách kết hợp chất béo và/hoặc dầu được chuyển hóa este về mặt hóa học với chất béo và/hoặc dầu tùy ý khác; và

(iii) khử mùi chất béo và/hoặc dầu hoặc hỗn hợp của nó ở 200°C hoặc nhiệt độ cao hơn cho đến 230°C hoặc thấp hơn.