



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

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

(11)



1-0035663

(51)⁸ A23D 9/00; A23D 9/02; A23C 9/152

(13) B

(21) 1-2019-01590

(22) 01/09/2017

(86) PCT/JP2017/031564 01/09/2017

(87) WO 2018/043701 08/03/2018

(30) 2016-171812 02/09/2016 JP

(45) 25/05/2023 422

(43) 25/07/2019 376A

(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 CHỨA CHẤT BÉO VÀ/HOẶC DẦU ĐỂ SỬ DỤNG TRONG SỮA DÙNG CHO TRẺ SƠ SINH VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY

(57) Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh có các nồng độ 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng đủ thấp, còn có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời, và đáp ứng tiêu chuẩn nhất định về mặt dinh dưỡng. Mục đích này đạt được bằng chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh, chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu này chứa axit linoleic và axit α -linolenic, và có nồng độ 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) là 0,33 ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn, và mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu đáp ứng sự cân bằng dinh dưỡng thích hợp làm sữa dùng cho trẻ sơ sinh và có hàm lượng 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng đủ thấp để làm chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

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

Trong khi đó, đã có báo cáo rằng các chất béo và/hoặc dầu chứa diacylglycerol (DAG) ở các nồng độ cao chứa các este axit béo của glycidol. Khi các este axit béo của glycidol này được chuyển hóa *in vivo* thì sẽ tạo ra glycidol, là chất cần lưu ý về khả năng gây ung thư và độc tính. Do đó, mong muốn rằng các chất béo và/hoặc dầu thực phẩm có các hàm lượng 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng thấp.

Tài liệu sáng chế 1 cho rằng các hàm lượng 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng có thể được làm giảm bằng cách chuyển hóa este các chất béo và/hoặc dầu, tiếp theo xử lý bằng đất sét hoạt tính có tính axit, và khử mùi ở nhiệt độ thấp. Ngoài ra, tài liệu sáng chế 1 tuyên bố như sau. Theo công bố của WHO/FAO, liều nạp hằng ngày có thể chịu được (tolerable daily intake - TDI) của 3-MCPD là 2 µg/kg (cân nặng). Do liều nạp hằng ngày trung bình của các chất béo và/hoặc dầu là 12,5 g đối với người trưởng thành có cân nặng là 60 kg, thì nồng độ 3-MCPD có thể chịu

được trong các chất béo và/hoặc dầu là 9,6 ppm. Tương tự, theo dữ liệu của Viện đánh giá nguy cơ của liên bang Đức (German Federal Institute for Risk Assessment - BfR), liều tiêu chuẩn được ước lượng thấp hơn giới hạn tin cậy (BMDL10) của glycidol là 4,06 mg/kg (cân nặng), và nồng độ glycidol có thể chịu được trong các chất béo và/hoặc dầu là 2,0 ppm được tính trên cơ sở rằng giới hạn tiếp xúc được dùng làm chất chỉ thị bởi Hội đồng an toàn thực phẩm (Food Safety Commission) là 10000 hoặc lớn hơn và liều nạp hằng ngày trung bình của các chất béo và/hoặc dầu là 12,5 g đối với người trưởng thành có cân nặng là 60 kg.

Mặt khác, sữa bột đã được xử lý để nuôi trẻ sơ sinh hoặc trẻ nhỏ dưới dạng thực phẩm thay thế sữa mẹ là cần thiết để đáp ứng các tiêu chuẩn nhất định về mặt dinh dưỡng ở Nhật Bản và trên thế giới. Các chất béo có trong sữa mẹ chứa các lượng nhất định của các axit béo thiết yếu cần thiết đối với sự sinh trưởng của trẻ sơ sinh, như axit linoleic, axit α -linolenic, axit arachidonic, và axit docosahexaenoic. Vì lý do này, trong hướng dẫn của Cơ quan bảo vệ người tiêu dùng (Consumer Affairs Agency) (Nhật Bản) (Consumer Affairs Agency, Food Labeling Notification No. 277 (23 tháng sáu năm 2011)), tiêu chuẩn phê duyệt đối với việc ghi nhãn dưới dạng sữa bột đã được xử lý dùng cho trẻ sơ sinh chỉ dẫn rằng chế phẩm trên mỗi 100 kcal cần chứa 4,4 đến 6,0 g lipit, 0,3 đến 1,4 g axit linoleic, và 0,05 g hoặc nhiều hơn axit α -linolenic.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ rằng chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu có thành phần axit béo cụ thể được tạo ra dưới dạng chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu tương tự sữa mẹ.

Hơn nữa, tài liệu sáng chế 3 bộc lộ chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu chứa hỗn hợp dầu cọ được ngẫu nhiên hóa hoặc dầu olein cọ được ngẫu nhiên hóa với các chất béo và/hoặc dầu khác, và tuyên bố rằng chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu này có thể được sử dụng làm chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để nuôi dưỡng trẻ sơ sinh.

[Danh mục tài liệu được trích dẫn]

[Các tài liệu sáng chế]

[Tài liệu sáng chế 1] công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2012-136655

[Tài liệu sáng chế 2] công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số Hei 7-107904

[Tài liệu sáng chế 3] công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số Hei 2-231037

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Như được mô tả trong tài liệu sáng chế 1, do liều nạp hằng ngày trung bình của các chất béo và/hoặc dầu là 12,5 g đối với người trưởng thành có cân nặng là 60 kg, nồng độ có thể chịu được của 3-MCPD có nguồn gốc từ các chất béo và/hoặc dầu là 9,6 ppm, và nồng độ glycidol có thể chịu được là 2,0 ppm. Trong khi đó, trẻ sơ sinh v.v. khác nhau về liều nạp hằng ngày trung bình của các chất béo và/hoặc dầu và cân nặng. Ví dụ, do liều nạp hằng ngày trung bình của các chất béo và/hoặc dầu là 36,0 g đối với trẻ sơ sinh v.v. có cân nặng là 6 kg, nồng độ 3-MCPD có thể chịu được trong chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu là 0,33 ppm, và nồng độ glycidol có thể chịu được là 0,07 ppm. Do đó, mong muốn là các hàm lượng của 3-MCPD và glycidol được làm giảm xuống đến các nồng độ có thể chịu được này hoặc thấp hơn.

Như đã được mô tả trên đây, các tiêu chuẩn nhất định được thiết lập đối với axit linoleic và axit α -linolenic trong các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh. Hơn nữa, để làm thực phẩm thay thế sữa mẹ, các chế phẩm này cần phải có thành phần axit béo cụ thể như được mô tả trong tài liệu sáng chế 2. Các axit béo chưa no cao như axit linoleic và axit α -linolenic nói chung có độ ổn định oxy hóa kém, và mùi vị giảm theo thời gian qua sự phân phối ở các nhiệt độ cao.

Vì lý do này, các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu của các axit

béo này được phân phối trong khi được làm lạnh (ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1 đến 10°C) trong các hộp hoặc đồ chứa. Tuy nhiên, trong trường hợp mà chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh chứa chất béo và/hoặc dầu lauric hoặc nền cọ, ngay cả khi chế phẩm này được phân phối ở nhiệt độ làm lạnh, vẫn gặp phải vấn đề tạo ra mùi biến chất ở các nhiệt độ thấp như đã biết.

Vì vậy, chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh chứa chất béo và/hoặc dầu lauric hoặc nền cọ cần phải có độ ổn định khi bảo quản sao cho mùi vị hầu như không thay đổi trong quá trình phân phối cũng ở nhiệt độ làm lạnh.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "độ ổn định khi bảo quản" có nghĩa là có mùi vị dễ chịu hầu như không thay đổi trong quá trình phân phối ở nhiệt độ làm lạnh (1 đến 10°C), và tiếp tục còn được duy trì khi phân phối.

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh, chế phẩm này có các nồng độ 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng, đủ thấp, cũng như có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời sao cho mùi vị hầu như không thay đổi trong quá trình phân phối ở nhiệt độ làm lạnh, và đáp ứng các tiêu chuẩn nhất định về mặt dinh dưỡng.

Biện pháp giải quyết vấn đề

Mục đích được mô tả trên đây của sáng chế đạt được bằng chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu chứa axit linoleic và axit α -linolenic, có nồng độ 3-MCPD là 0,33 ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn, và có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu này giúp có thể cung cấp chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh có mức độ dinh dưỡng, độ an toàn, và độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời.

Theo các khía cạnh khác, sáng chế có thể bao gồm các đối tượng sau.

[1] Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh chứa axit linoleic và axit α -linolenic, trong đó

nồng độ 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) là 0,33 ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn, và

mùi vị của nó hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh.

[2] Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục [1], trong đó chế phẩm này chứa axit linoleic với lượng nằm trong khoảng từ 5,0 đến 32,0% khối lượng và axit α -linolenic với lượng là 0,8% khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu.

[3] Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục [1] hoặc [2], trong đó mùi vị của nó sau khi bảo quản một tuần không bị thay đổi so với mùi vị ban đầu trước khi bảo quản ở chế độ bảo quản lạnh.

[4] Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó chế phẩm này được tạo ra bằng cách tẩy màu và khử mùi chất béo và/hoặc dầu thô chứa chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó bằng một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác.

[5] Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó việc xử lý khử mùi được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn.

[6] Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục [4] hoặc [5], trong đó chất béo và/hoặc dầu thô chưa được chuyển hóa este.

[7] Sữa dùng cho trẻ sơ sinh chứa chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6].

[8] Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo mục bất kỳ trong số các mục từ

[1] đến [6], bao gồm các bước sau:

(i) trộn chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó với một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, không phải là chất béo và/hoặc dầu ban đầu để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu; tẩy màu hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu này; và sau đó, khử mùi hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu đã được tẩy màu ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn, hoặc

(ii) tẩy màu mỗi chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, và một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, không phải là chất béo và/hoặc dầu ban đầu; sau đó, khử mùi mỗi chất béo và/hoặc dầu đã được tẩy màu ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn; và trộn các chất béo và/hoặc dầu đã được khử mùi này.

[9] Phương pháp theo mục [8], trong đó hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu ở bước (i) chưa được chuyển hóa este, và chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó hoặc một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, không phải là chất béo và/hoặc dầu ban đầu ở bước (ii) chưa được chuyển hóa este.

Các hiệu quả có lợi của sáng chế

Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế cho phép có thể tạo ra chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu có: sự cân bằng dinh dưỡng thích hợp làm sữa dùng cho trẻ sơ sinh, đặc biệt là các lượng axit linoleic và axit α -linolenic nhất định; và các nồng độ 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng mà nạp vào đủ thấp là thấp một cách mong muốn theo quan điểm về độ an toàn. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu này còn có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời làm chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

<Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh>

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

Thuật ngữ sữa dùng cho trẻ sơ sinh được dùng để chỉ sữa bột dùng làm sản phẩm thay thế sữa mẹ, và sữa dùng cho trẻ sơ sinh có các thành phần tương tự nhất có thể với các thành phần có trong sữa mẹ trong nhiều trường hợp. Các thành phần chính của sữa mẹ là các protein, chất béo, hydrat cacbon, v.v.. Để làm chất béo, sữa mẹ chứa các lượng nhất định các axit béo thiết yếu cần thiết đối với sự sinh trưởng của trẻ sơ sinh, như axit linoleic, axit α -linolenic, axit arachidonic, và axit docosahexaenoic.

Trong hướng dẫn của Cơ quan bảo vệ người tiêu dùng, tiêu chuẩn phê duyệt đối với việc ghi nhãn dưới dạng sữa bột đã được xử lý cho trẻ sơ sinh chỉ dẫn rằng chế phẩm trên 100 kcal cần chứa 4,4 đến 6,0 g lipit, 0,3 đến 1,4 g axit linoleic, và 0,05 g hoặc nhiều hơn axit α -linolenic. Theo sáng chế, thuật ngữ "chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh" có nghĩa là chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu đáp ứng tiêu chuẩn dinh dưỡng như vậy.

Sữa dùng cho trẻ sơ sinh có sử dụng chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế chứa axit linoleic và axit α -linolenic, và tốt hơn nữa nếu chứa lipit với lượng nằm trong khoảng từ 4,4 đến 6,0 g, axit linoleic với lượng nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,4 g, và axit α -linolenic với lượng là 0,05 g hoặc lớn hơn, trên 100 kcal chế phẩm. Nói cách khác, sữa dùng cho trẻ sơ sinh tốt hơn là chứa, dưới dạng các chất béo và/hoặc dầu, 5,0 đến 32,0% khối lượng axit linoleic và 0,8% khối lượng hoặc lớn hơn axit α -linolenic.

Có nhiều phương pháp khác nhau để đo các lượng axit linoleic và axit α -linolenic trong các chất béo và/hoặc dầu. Trong bản mô tả này, sử dụng

các trị số mà được đo theo phương pháp chuẩn để phân tích các chất béo và/hoặc dầu ("Standard Methods for the Analysis of Fats, Oils and Related Materials", Japan Oil Chemists' Society, 2013, 2.4.2.2 - 2013, Fatty Acid Composition, FID temperature-programmed gas chromatography).

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

Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo sáng chế có nồng độ 3-MCPD là 0,33 ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa nếu nồng độ 3-MCPD là 0,25 ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glycidol là 0,07 ppm hoặc nhỏ hơn.

Mùi vị của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo sáng chế hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh. Tốt hơn là, mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh trong ít nhất 1 tuần sau khi bắt đầu bảo quản so với mùi vị ban đầu. Tốt hơn nữa nếu mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh trong ít nhất 2 tuần. Còn tốt hơn nữa nếu mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh trong ít nhất 3 tuần. Còn tốt hơn nữa nếu mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh trong ít nhất 4 tuần.

Trong bản mô tả này, sự thay đổi về mùi vị chủ yếu có nghĩa là mùi biến chất được tạo ra trong khi bảo quản ở nhiệt độ thấp. Trong bản mô tả này, "mùi vị của nó hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh" và các cụm từ tương tự có nghĩa là gần như không có sự thay đổi về mùi vị so với mùi vị ban đầu trước khi bắt đầu bảo quản ở nhiệt độ làm lạnh (nằm trong khoảng từ 1 đến 10°C).

Dù "mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh" hay không có thể được xác định, ví dụ, bằng thử nghiệm theo phương pháp sau.

1. 70 g chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu được đưa vào trong bình màu nâu dung tích 100 ml và được đóng kín (được đậy nắp).

2. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu được đưa vào trong bình màu nâu dung tích 100 ml này được bảo quản trong buồng ổn định nhiệt được thiết đặt đến 5°C.

3. Mùi vị được kiểm tra 1 tuần, 2 tuần, 3 tuần, 4 tuần, 5 tuần, và 6 tuần sau khi việc bảo quản bắt đầu.

Mùi vị được đánh giá trên thang từ 1 đến 5 bằng cách sử dụng các tiêu chuẩn sau so với mùi vị ban đầu.

5: không thay đổi về mùi vị

4: thay đổi nhẹ về mùi vị

3: thay đổi rõ rệt về mùi vị

2: mùi biến chất được tạo ra

1: mùi biến chất mạnh được tạo ra

4. Mùi vị được xác định là hầu như không thay đổi nếu điểm so với mùi vị ban đầu là 5.

Các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế có thể được chọn để sử dụng sao cho chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu sản xuất được thoả mãn các đặc tính được mô tả trên đây. Tốt hơn là các chất béo và/hoặc dầu khác nhau được sử dụng kết hợp sao cho cụ thể axit linoleic và axit α -linolenic được kết hợp theo tiêu chuẩn phê duyệt được mô tả trên đây.

Các ví dụ về các chất béo và/hoặc dầu như vậy bao gồm dầu cọ và các dầu đã được cất phân đoạn của dầu cọ như olein cọ, olein cọ được cất phân đoạn hai lần, stearin cọ, và phân đoạn giữa của cọ; dầu hạt cọ và các dầu đã được cất phân đoạn của dầu hạt cọ như olein hạt cọ và stearin hạt cọ; các dầu thực vật như dầu dừa, dầu đậu tương, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hướng dương giàu oleic, dầu hạt cải giàu oleic, dầu rum giàu oleic, dầu hạt bông, dầu cám gạo, dầu vừng, dầu oliu, dầu lạc, và dầu cacao; các dầu động vật như dầu cá, mỡ bò, và mỡ lợn; và các chất tương tự. Hơn nữa, cũng có thể sử dụng các dầu đã được cất phân đoạn của các chất béo và/hoặc dầu được đề cập sau ở

trên.

Để làm chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế, ưu tiên kết hợp chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó.

Như được mô tả dưới đây, dung dịch kiềm nước thường được sử dụng trong việc xử lý khử axit. Tuy nhiên, dầu cọ có chỉ số axit cao hơn hoặc dầu dừa hoặc dầu hạt cọ chứa hàm lượng axit lauric cao tạo ra một lượng lớn xà phòng và dầu cũng được loại bỏ cùng với xà phòng dưới dạng cặn kiềm. Kết quả là hiệu suất của chất béo và/hoặc dầu sẽ bị giảm. Do đó, các dầu này nói chung được tinh chế bằng cách chưng cất và sự khử axit nói chung không được thực hiện.

Trong bản mô tả này, khi chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô được gọi là "dầu cọ đã được khử axit," thì nguyên liệu thô này ít nhất là cần được khử axit. Sau khi khử axit, nguyên liệu thô có thể còn được tẩy màu và/hoặc khử mùi bằng các phương pháp đã biết. Tốt hơn là, sau khi khử axit, chất béo và/hoặc dầu được tẩy màu và khử mùi. Trong bản mô tả này, để phân biệt việc tẩy màu và khử mùi, mà được thực hiện sau khi khử axit của chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô, so với việc tẩy màu và khử mùi được thực hiện ở các bước sau đó, thì việc tẩy màu và khử mùi được thực hiện sau khi khử axit của chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô được gọi là "tẩy màu lần thứ nhất" và "khử mùi lần thứ nhất," trong khi việc tẩy màu và khử mùi được thực hiện ở các bước sau đó được gọi là "tẩy màu lần thứ hai" và "khử mùi lần thứ hai" trong một số trường hợp.

"Việc khử axit" có thể được thực hiện bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, việc khử axit được thực hiện bằng cách xử lý dầu thô bằng dung dịch kiềm như dung dịch nước chứa natri hydroxit.

Cụ thể hơn, dầu có thể được xử lý bằng cách, ví dụ, bổ sung dung dịch kiềm 5% đến 30%. Lượng chất kiềm cần được bổ sung vào có thể

được xác định một cách thích hợp phụ thuộc vào lượng các axit béo tự do có trong dầu. Thời gian để xử lý bằng dung dịch kiềm nước là, mặc dù nó phụ thuộc vào nồng độ chất kiềm hoặc nhiệt độ, từ 10 đến 30 phút. Nhiệt độ để xử lý bằng dung dịch kiềm nước có thể nằm trong khoảng từ 60°C đến 80°C nhưng ưu tiên thực hiện việc xử lý ở nhiệt độ càng thấp càng tốt. Ví dụ, dầu có thể được xử lý ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 75°C trong 20 phút. Theo cách khác, dầu có thể được xử lý ở nhiệt độ cao hơn như từ 80°C đến 90°C và thời gian xử lý có thể được rút ngắn.

Các dầu đã được cất phân đoạn của dầu cọ có nghĩa là các chất béo và/hoặc dầu thu được bằng cách cất phân đoạn dầu cọ, và bao gồm olein cọ, olein cọ được cất phân đoạn hai lần, stearin cọ, phân đoạn giữa của cọ, và các chất tương tự. Được ưu tiên là olein cọ và olein cọ được cất phân đoạn hai lần.

Việc sử dụng chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cất phân đoạn của nó làm chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế cho phép đủ làm giảm nồng độ 3-MCPD đến mức độ an toàn dưới dạng sữa dùng cho trẻ sơ sinh, và để thu được chất béo và/hoặc dầu có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời, tức là chất béo và/hoặc dầu có mùi vị hầu như không thay đổi khi bảo quản lạnh.

Theo một phương án của sáng chế, trong các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế, lượng chất béo và/hoặc dầu ban đầu (chất béo và/hoặc dầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cất phân đoạn của nó) tốt hơn là nhỏ hơn 50% khối lượng so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu. Tốt hơn nữa, lượng chất béo và/hoặc dầu ban đầu là 40% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu. Tốt hơn là chất béo và/hoặc dầu ban đầu được kết hợp với lượng 20% khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu.

Theo một phương án khác của sáng chế, để làm chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế, tốt hơn là dầu hạt cọ hoặc dầu đã được cắt phân đoạn của nó được sử dụng không phải là chất béo và/hoặc dầu ban đầu (chất béo và/hoặc dầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó). Dầu đã được cắt phân đoạn của dầu hạt cọ có nghĩa là chất béo và/hoặc dầu thu được bằng cách cắt phân đoạn dầu hạt cọ, và bao gồm olein hạt cọ, stearin hạt cọ, và các chất tương tự. Được ưu tiên là olein hạt cọ.

Trong các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế, tỷ lệ khối lượng của chất béo và/hoặc dầu ban đầu và dầu hạt cọ hoặc dầu đã được cắt phân đoạn của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20/80 đến 80/20, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 30/70 đến 70/30, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 40/60 đến 60/40.

Theo một phương án khác nữa của sáng chế, các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế có thể còn chứa chất béo và/hoặc dầu khác ngoài chất béo và/hoặc dầu ban đầu và dầu hạt cọ hoặc dầu đã được cắt phân đoạn của nó. Chất béo và/hoặc dầu khác không bị giới hạn, miễn là axit linoleic và axit α -linolenic nằm trong các khoảng tiêu chuẩn phê duyệt, các ví dụ về chất béo và/hoặc dầu khác bao gồm dầu đậu tương, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hướng dương giàu oleic, dầu hạt cải giàu oleic, dầu rum giàu oleic, và các chất tương tự. Được ưu tiên là dầu đậu tương và dầu hạt cải.

Theo một phương án khác nữa của sáng chế, các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô để sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế chứa chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, và có thể tùy ý chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác không phải chất béo và/hoặc dầu ban

đầu. Các chất béo và/hoặc dầu như vậy không bị giới hạn, miễn là axit linoleic và axit α -linolenic nằm trong các khoảng đích. Các ví dụ về các chất béo và/hoặc dầu bao gồm các chất béo và/hoặc dầu lauric như dầu hạt cọ, các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, và dầu dừa; dầu lỏng như dầu đậu tương, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hướng dương giàu oleic, dầu hạt cải giàu oleic, và dầu rum giàu oleic; và các chất tương tự. Được ưu tiên là dầu hạt cọ, các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, dầu đậu tương, và dầu hạt cải.

Mỗi chất béo và/hoặc dầu này có thể được khử axit, được tẩy màu (tẩy màu lần thứ nhất), và được khử mùi (khử mùi lần thứ nhất).

Khi chất béo và/hoặc dầu thô để sản xuất chế phẩm theo sáng chế chứa một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác bổ sung không phải chất béo và/hoặc dầu ban đầu, thì tỷ lệ khối lượng của chất béo và/hoặc dầu ban đầu so với các chất béo và/hoặc dầu khác tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20/80 đến 80/20, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 30/70 đến 70/30, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 40/60 đến 60/40.

Theo một phương án khác của sáng chế, chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế được sản xuất từ hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu mà là hỗn hợp gồm chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó với một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó. Hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu hoặc mỗi chất béo và/hoặc dầu được tẩy màu (tẩy màu lần thứ nhất) và được khử mùi (khử mùi lần thứ nhất). Việc khử mùi tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn.

Mặc dù chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế có thể được sử dụng có hoặc không có sự chuyển hóa este, không cần phải tiến hành quá trình chuyển hóa este do 3-MCPD được khử đủ mà không cần tiến hành quá trình chuyển hóa este. Ngoài ra, khi chất béo và/hoặc dầu đã được khử axit được sử dụng làm nguyên liệu thô, trong một số trường hợp, 3-MCPD được tăng lên. Do đó, ưu tiên không sử dụng chế phẩm chứa chất

béo và/hoặc dầu theo sáng chế mà không cần tiến hành quá trình chuyển hóa este. Sau khi chuyển hóa este của chất béo và/hoặc dầu đã được khử axit, diglyxerit hoặc axit béo tự do tăng lên. Việc khử mùi của chất béo và/hoặc dầu này với diglyxerit được tăng lên sẽ sản sinh 3-MCPD và kết quả là, lượng 3-MCPD trở nên cao hơn so với lượng 3-MCPD của chất béo và/hoặc dầu đã được khử axit trước khi chuyển hóa este.

<Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu>

Theo phương án trong đó chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế chứa dầu cọ được mô tả trên đây và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó được khử axit và còn tùy ý được tẩy màu (tẩy màu lần thứ nhất) và được khử mùi (khử mùi lần thứ nhất), phương pháp sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu là phương pháp bao gồm các bước sau:

(i) trộn chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó với một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, không phải là chất béo và/hoặc dầu ban đầu để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu; tẩy màu hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu này (tẩy màu lần thứ hai); và sau đó, khử mùi hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu đã được tẩy màu này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn (khử mùi lần thứ hai), hoặc

(ii) tẩy màu mỗi chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, và một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, không phải là chất béo và/hoặc dầu ban đầu (tẩy màu lần thứ hai); sau đó, khử mùi mỗi chất béo và/hoặc dầu đã được tẩy màu này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn (khử mùi lần thứ hai); và trộn các chất béo và/hoặc dầu đã được khử mùi này.

Phương án được ưu tiên hơn về phương pháp sản xuất theo sáng chế khác biệt ở chỗ ít nhất các bước (1) đến (3) sau được thực hiện. Các bước là: bước trộn (1), bước tẩy màu (2), và bước khử mùi (3).

<Bước trộn (1)>

Chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó được trộn với một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu.

Trong bản mô tả này, sau khi mỗi chất béo và/hoặc dầu ban đầu và chất béo và/hoặc dầu khác, mà tùy ý có trong đó, được đưa vào bước tẩy màu và bước khử mùi sau, các nguyên liệu này có thể được trộn để tạo ra hỗn hợp chất béo và/hoặc dầu.

<Bước tẩy màu (2)>

Các chất béo và/hoặc dầu thu được ở bước (1) được tẩy màu theo phương pháp thông thường. Để làm chất hấp phụ được sử dụng trong bước tẩy màu, tốt hơn là đất sét hoạt tính có tính axit được sử dụng. Để thực hiện việc tẩy màu một cách có hiệu quả trong thời gian ngắn hơn, thích hợp khi thực hiện việc trộn và khuấy dưới áp suất thấp (nói chung là 6,7 kPa hoặc nhỏ hơn) đồng thời làm nóng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90 đến 120°C. Việc trộn và khuấy cần phải được thực hiện nói chung trong khoảng 30 phút, mặc dù thời gian thay đổi phụ thuộc vào lượng xử lý và v.v..

<Bước khử mùi (3)>

Bước khử mùi không bị giới hạn cụ thể, ngoại trừ điều kiện nhiệt độ (200 đến 230°C). Bước này có thể là phương pháp khử mùi bằng cách cất hơi nước dưới áp suất thấp như thường được dùng trong việc khử mùi các chất béo và/hoặc dầu thực phẩm.

Theo sáng chế, chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu có nồng độ glycidol là 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn có thể thu được thông qua bước khử mùi được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ tinh chế bình thường của chất béo và/hoặc dầu, tức là, tốt hơn là ở 200°C hoặc cao hơn đến 230°C hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 210°C hoặc cao hơn đến 220°C hoặc thấp hơn. Nếu nhiệt độ khử mùi thấp hơn 200°C, thì hàm lượng glycidol có thể được giảm tiếp, nhưng các thành phần có mùi không thể được loại bỏ một cách

đầy đủ khối chất béo và/hoặc dầu, vì vậy chất lượng sản phẩm giảm. Vì vậy, nhiệt độ khử mùi thấp hơn 200°C là không được ưu tiên.

Mặt khác, nếu nhiệt độ khử mùi vượt quá 230°C, thì hàm lượng glycidol tăng lên. Vì vậy, các nhiệt độ này là không được ưu tiên. Đặc biệt là, ở 260°C hoặc cao hơn, hàm lượng các thành phần này tăng lên đáng kể. Vì vậy, các nhiệt độ này đặc biệt không được ưu tiên.

Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu thu được bằng phương pháp sản xuất được mô tả trên đây có các nồng độ 3-MCPD, glycidol, và các este axit béo của chúng thấp thậm chí sau bước khử mùi. Nồng độ 3-MCPD được giảm xuống 0,33 ppm hoặc nhỏ hơn, và nồng độ glycidol được giảm xuống 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn. Hơn nữa, mùi vị cũng tốt.

Cần phải lưu ý rằng, trong chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu này, 3-MCPD và glycidol lần lượt có mặt ở các dạng este axit béo của 3-MCPD và este axit béo của glycidol. Tuy nhiên, trong bản mô tả này các chất này được biểu thị bằng "nồng độ 3-MCPD" và "nồng độ glycidol" trong chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu bằng cách sử dụng các trị số được đo dưới dạng 3-MCPD và glycidol.

<Sữa dùng cho trẻ sơ sinh>

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

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

Sữa dùng cho trẻ sơ sinh có thể chứa chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu theo sáng chế với lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng, nhưng lượng này không chỉ giới hạn ở đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

(Ví dụ 1)

Sau khi khử axit, xử lý tẩy màu (tẩy màu lần thứ nhất), và khử mùi (khử mùi lần thứ nhất), 35 phần khối lượng olein cọ (olein cọ NBD) được trộn với 30 phần khối lượng olein hạt cọ, 20 phần khối lượng dầu đậu tương, và 15 phần khối lượng dầu hạt cải. 1,5 phần khối lượng của đất sét hoạt tính có tính axit (tên sản phẩm: Galleon Earth V2, do Mizusawa Industrial Chemicals, Ltd. sản xuất) được bổ sung vào 100 phần chất béo và/hoặc dầu để tẩy màu (tẩy màu lần thứ hai) ở áp suất bình thường ở nhiệt độ 90°C trong 60 phút. Đất sét hoạt tính có tính axit được loại bỏ bằng cách lọc dưới áp suất thấp bằng cách sử dụng giấy lọc (tên sản phẩm: Toyo Filter Paper No. 2, do Advantec sản xuất) và chất trợ lọc (tên sản phẩm: Silica #600H, do Chuo Silika Co., Ltd. sản xuất). Nhờ đó, thu được dầu đã được tẩy màu. Dầu đã được tẩy màu này với lượng 15 kg được khử mùi (khử mùi lần thứ hai) trong các điều kiện là 210°C, 75 phút, mức độ chân không là 0,4 kPa hoặc nhỏ hơn, và lượng hơi nước được đưa vào: 3,0% (so với dầu xét về mặt khối lượng). Khi sản phẩm thu được được để nguội, 25 ppm axit xitric được bổ sung vào đó. Do đó, thu được dầu đã được khử mùi.

Các ví dụ 2, 3

Các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu được sản xuất bằng cách tẩy màu và khử mùi các chất béo và/hoặc dầu theo các chế phẩm được thể hiện trong bảng 1 dưới các điều kiện giống như trong ví dụ 1.

Các ví dụ so sánh 1, 2, 3

Các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu được sản xuất bằng cách tẩy màu và khử mùi các chất béo và/hoặc dầu theo các chế phẩm được thể hiện trong bảng 1 dưới các điều kiện giống như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng olein cọ đã được tẩy màu (tẩy màu lần thứ nhất) và đã được khử mùi (khử mùi lần thứ nhất) (olein cọ RBD) được trộn thay cho olein cọ NBD.

Các chất béo và/hoặc dầu thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được đo về các hàm lượng 3-MCPD và glycidol bằng các phương pháp phân tích được mô tả dưới đây. Hơn nữa, các phân tích mùi vị, thử

nghiệm bảo quản (mùi vị), và thành phần axit béo cũng được thực hiện. Bảng 2 thể hiện các kết quả phân tích.

Phương pháp phân tích đối với 3-MCPD v.v.

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

1. Các dung dịch chuẩn

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

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

Dung dịch gốc chuẩn 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (xấp xỉ 1000 ppm)

Dung dịch chuẩn 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (xấp xỉ 40 ppm)

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

* được sử dụng làm chất thay thế

Dung dịch gốc chuẩn d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (xấp xỉ 1000 ppm)

Dung dịch chuẩn d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (xấp xỉ 40 ppm)

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

Dung dịch gốc chuẩn glycidyl stearat (xấp xỉ 1000 ppm)

Dung dịch chuẩn glycidyl stearat (xấp xỉ 40 ppm)

2. Chất phản ứng

1) Nước siêu tinh khiết

2) Toluene (do Kanto Chemical Co., Inc. sản xuất, để phân tích cận thuốc trừ loài gây hại, được cô đặc 5000 lần)

3) t-Butyl methyl ete (t-BME) (do Kanto Chemical Co., Inc. sản xuất, để phân tích cận thuốc trừ loài gây hại, được cô đặc 5000 lần)

4) Metanol (do Kanto Chemical Co., Inc. sản xuất, để phân tích cận thuốc trừ loài gây hại, được cô đặc 5000 lần)

5) Hexan (do Kanto Chemical Co., Inc. sản xuất, để phân tích cận thuốc trừ

loài gây hại, được cô đặc 5000 lần)

6) Etyl axetat (do Kanto Chemical Co., Inc. sản xuất, để phân tích căn thuốc trừ loài gây hại, được cô đặc 5000 lần)

7) Dietyl ete (do Kanto Chemical Co., Inc. sản xuất, để phân tích căn thuốc trừ loài gây hại, được cô đặc 5000 lần)

8) Isooctan

9) Natri metoxit

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

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

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

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

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

15) Axit sulfuric (25%, 6N): axit sulfuric (96%, 36N) được pha loãng 6 lần
ex) sau khi 10 ml axit sulfuric (96%, 36N) được bổ sung vào 50 ml nước siêu tinh khiết, thể tích được điều chỉnh đến 60 ml

16) Dung dịch nước axit chứa natri clorua (200 g/l): 35 ml axit sulfuric (25%) được bổ sung vào 1 L dung dịch nước chứa natri clorua

ex) 20 ml dung dịch nước chứa natri clorua + 700 μ l axit sulfuric (25%)

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

ex) 20 ml dung dịch nước chứa natri bromua + 700 μ l axit sulfuric (25%)

18) Axit phenylboronic (PBA)

19) Chất phản ứng tạo dẫn xuất: axit phenylboronic được hòa tan trong

dietyl ete để đạt trạng thái bão hòa với một ít kết tủa <*được pha chế khi sử dụng>

3. Thiết bị

- 1) Pipet Pasteur
- 2) Các xylanh được chia độ: 25 ml, 50 ml, 100 ml
- 3) Bình đo thể tích: 5 ml, 10 ml
- 4) Pipetman: P-5000, P-1000, P-200
- 5) Lọ nắp vặn (bằng thủy tinh, dung tích: 1,5 ml)
- 6) Bơm tiêm
- 7) Màng lọc (kỵ nước)

4. Phương pháp phân tích

- 1) Mẫu với lượng 100 mg ($\pm 0,5$ mg) được gom vào trong lọ nắp vặn dung tích 1,5 ml.
- 2) Để làm chất thay thế, 100 μ l dung dịch chuẩn d5-3-MCPD-1,2-palmitoyl este (khoảng 50 ppm) và 100 μ l t-butyl methyl ete được bổ sung vào đó và được khuấy.

✖ Để kiểm tra sự nhiễm bẩn, mẫu (ví dụ, dầu oliu siêu nguyên chất) mà 3-MCPD v.v. không được phát hiện trong đó được phân tích. Hơn nữa, 100 μ l dung dịch chuẩn 3-MCPD-1,2-palmitoyl este (xấp xỉ 40 ppm) được bổ sung vào mẫu đã được vô hiệu cùng với chất thay thế, và mức độ thu hồi được kiểm tra.

- 3) Sau khi 200 μ l dung dịch natri metoxit-metanol được bổ sung vào và được khuấy, hỗn hợp này được cho phép phản ứng ở nhiệt độ bình thường trong 3,5 đến 5,5 phút.
- 4) Để làm ngừng phản ứng, 600 μ l dung dịch nước có tính axit chứa natri clorua được bổ sung vào trong phân tích [A], và 600 μ l dung dịch nước có tính axit chứa natri bromua được bổ sung vào trong phân tích [B].
- 5) Sau khi 600 μ l hexan được bổ sung vào và được khuấy, hỗn hợp này được để yên trong 5 phút hoặc lâu hơn, và lớp hexan được loại bỏ. Một lần nữa, 600 μ l hexan được bổ sung vào, và lặp lại thao tác giống như trên.

6) Sau khi 600 μ l dung dịch hỗn hợp chứa diethyl ete/ethyl axetat (6:4) được bổ sung vào và được khuấy, lớp dung môi được thu lại trong lọ chứa natri sulfat (khan). Thao tác giống như vậy được lặp lại tiếp hai lần.

7) Sau khi 100 μ l dung dịch PBA được bổ sung vào để tạo dẫn xuất, sản phẩm thu được được hóa rắn đến khô bằng cách thổi khí nitơ.

8) Chất rắn được hòa tan lại trong 1 ml isooctan, được lọc bằng màng lọc, và sau đó, được đo bằng GC/MS.

5. Hệ thống và các điều kiện phân tích

Hệ thống: GC/MS (5975C/7890A do Agilent Technologies sản xuất)

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

Lượng tiêm: 2 μ l

Nhiệt độ cửa tiêm: 240°C

Thời gian phân tách: 1,5 phút

Tốc độ dòng phân tách: 20 ml/phút

Khí mang: heli, 1,2 ml/phút, tốc độ dòng 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 được đo:

3-MCPD m/z = 147 (để định lượng); 146, 196, và 198 (để xác nhận)

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

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 bổ sung vào dưới dạng chất thay thế được chuyển đổi thành nồng độ d5-3-MCPD, và tỷ lệ diện tích thu được bằng cách lấy trị số diện tích 3-MCPD chia cho trị số diện tích chất thay thế được nhân với nồng độ chất thay thế để tính nồng độ 3-MCPD.

Trị số định lượng = nồng độ chất thay thế $\times$ trị số diện tích 3-MCPD /
trị số diện tích chất thay thế

Lấy trị số định lượng thu được trên đây chia cho lượng mẫu gom được để xác định nồng độ trong mẫu.

Lượng 3-MCPD [ppm] = trị số định lượng [$\mu\text{g/l}$] / lượng mẫu gom
được [mg]

※ Lượng 3-MCPD-FS được xác định trong phân tích [A], trong khi lượng 3-MCPD mà glycidol được loại bỏ khỏi đó được xác định trong phân tích [B].

Từ các kết quả đo trong các phân tích [A] và [B], lấy lượng 3-MCPD-FS trừ đi lượng 3-MCPD, và hiệu số được nhân với hệ số chuyển đổi glycidol để tính lượng glycidol.

Lượng glycidol [ppm] = (lượng 3-MCPD-FS [A] - lượng 3-MCPD
[B]) $\times$ hệ số chuyển đổi glycidol t

<Tính hệ số chuyển đổi glycidol>

Hệ số chuyển đổi từ glycidol thành 3-MCPD được tính bằng cách tạo ra đường cong hiệu chỉnh trong [A] với sự có mặt của clorua. Glycidol (dưới dạng glycidol este) ở nhiều nồng độ được bổ sung vào mẫu chất béo và/hoặc dầu, mà không bị nhiễm bẩn, và được xử lý theo phân tích [A]. Kết quả là, thu được đường cong hiệu chỉnh $y = mx + n$. Số nghịch đảo của độ nghiêng là tương đương với hệ số chuyển đổi glycidol t.

Hệ số chuyển đổi glycidol $t = 1/m$

Phương pháp thử nghiệm bảo quản (mùi vị)

1. 70 g chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu được đưa vào trong bình màu nâu dung tích 100 ml và được đóng kín (được đậy nắp).
2. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu được đưa vào trong bình màu nâu dung tích 100 ml này được bảo quản trong buồng ổn định nhiệt được thiết đặt đến 5°C.

3. Mùi vị được kiểm tra 1 tuần, 2 tuần, 3 tuần, 4 tuần, 5 tuần, và 6 tuần sau khi việc bảo quản bắt đầu.

Mùi vị được đánh giá theo thang điểm từ 1 đến 5 bằng cách sử dụng các tiêu chuẩn sau so với mùi vị ban đầu. Đánh giá được thực hiện bởi bảy người, và trị số trung bình được làm tròn. Trị số thu được được thể hiện trong bảng.

5: không thay đổi về mùi vị

4: thay đổi nhẹ về mùi vị

3: thay đổi rõ rệt về mùi vị

2: mùi biến chất được tạo ra

1: mùi biến chất mạnh được tạo ra

Phương pháp phân tích đối với chế phẩm chứa axit béo

Các chế phẩm chứa axit béo được phân tích bằng phương pháp chuẩn để phân tích các chất béo và/hoặc dầu (2.4.2.2 – 2013, Fatty Acid Composition, FID temperature-programmed gas chromatography).

Các kết quả

Mùi vị của tất cả các chất béo và/hoặc dầu của các ví dụ 1 đến 3 không thay đổi trong 6 tuần ở nhiệt độ 5°C, và các chất béo và/hoặc dầu có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời.

Ngược lại, đối với các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu của các ví dụ so sánh 1 và 3 có các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô giống như của các ví dụ 1 và 3 ngoại trừ rằng olein cọ NBD không được sử dụng, mùi vị bị thay đổi trong 4 tuần ở nhiệt độ 5°C. Các chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu của các ví dụ so sánh 1 và 3 không có độ ổn định khi bảo quản tuyệt vời, và hàm lượng 3-MCPD vượt hơn nhiều nồng độ có thể chịu được. Hơn nữa, đối với chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu của ví dụ so sánh 2 có chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô giống như của ví dụ 2, ngoại trừ rằng olein cọ NBD không được sử dụng, mùi vị bị thay đổi trong 3 tuần ở nhiệt độ 5°C. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu của ví dụ so sánh 2 không có độ ổn định khi bảo

quản tuyệt vời, và hàm lượng 3-MCPD vượt hơn nhiều nồng độ có thể chịu được.

[Bảng 1]

Các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô	Ví dụ			Ví dụ so sánh		
	1	2	3	1	2	3
Olein cọ RBD	-	-	-	35	35	39
Olein cọ NBD	35	35	39	-	-	-
Dầu cọ được làm cực cứng	-	-	1	-	-	1
Olein hạt cọ	30	45	30	30	45	30
Dầu đậu tương	20	20	-	20	20	-
Dầu hạt cải	15	-	-	15	-	-
Dầu hướng dương giàu oleic	-	-	15	-	-	15
Dầu rum	-	-	10	-	-	10
Dầu tía tô	-	-	5	-	-	5
Tổng số	100	100	100	100	100	100
Tẩy màu: lượng đất sét được bổ sung vào	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Khử mùi: nhiệt độ khử mùi (°C)	210	210	210	210	210	210
C12-0	12,9	19,2	12,9	12,8	19,2	12,8
C16-0	19,0	19,7	19,8	19,0	19,7	19,8
cis C18-1	35,5	29,4	38,9	35,3	29,1	38,6
cis C18-2	18,2	15,8	15,0	18,0	15,6	15,1
cis C18-3	3,3	1,8	3,0	3,3	1,7	3,0
cis C18-2/cis C18-3	5,5	9,0	5,0	5,5	9,0	5,1

[Bảng 2]

Các chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô	Ví dụ			Ví dụ so sánh		
	1	2	3	1	2	3
Mùi vị ban đầu	tốt	tốt	tốt	tốt	tốt	tốt
Phân tích 3-MCPD và glycidol						
3-MCPD (ppm)	0,10	0,15	0,16	1,03	1,09	1,08
glycidol (ppm)	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04
Thử nghiệm bảo quản (mùi vị)						
Bảo quản ở 5°C						
1 tuần	5	5	5	5	5	5
2 tuần	5	5	5	5	5	5
3 tuần	5	5	5	5	4	5
4 tuần	5	5	5	4	4	4
5 tuần	5	5	5	3	3	3
6 tuần	5	5	5	3	2	3

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh, chứa axit linoleic và axit α -linolenic, bao gồm:

chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô chứa (A) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, và (B) một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu ban đầu, mà đã được tẩy màu và khử mùi nhưng không được khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este, chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô được tiến hành tẩy màu lần thứ hai và khử mùi lần thứ hai, hoặc

chất béo và/hoặc dầu hỗn hợp gồm (C) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, chất béo và/hoặc dầu ban đầu được tiến hành tẩy màu lần thứ hai và khử mùi lần thứ hai và (D) một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu ban đầu, mà đã được tẩy màu và khử mùi nhưng không được khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este,

trong đó,

lượng của (A) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, hoặc của (C) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, chất béo và/hoặc dầu ban đầu được tiếp tục tiến hành tẩy màu lần thứ hai và khử mùi lần thứ hai, nằm trong khoảng từ 20% khối lượng đến 40% khối lượng so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu,

(B) một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu ban đầu, mà đã được tẩy màu và khử mùi nhưng không được khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, hoặc (D) một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu ban đầu, mà đã được tẩy màu và khử mùi nhưng không được khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, được chọn từ nhóm bao gồm dầu

hạt cọ, các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, dầu dừa, dầu đậu tương, dầu hạt cải, dầu ngô, dầu hướng dương, dầu rum, dầu tía tô, dầu hạt lanh, dầu hướng dương giàu oleic, dầu hạt cải giàu oleic, và dầu rum giàu oleic,

việc khử mùi lần thứ hai được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 220°C,

nồng độ 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) trong chế phẩm này là 0,33 ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,1 ppm hoặc nhỏ hơn, và

mùi vị của nó hầu như không đổi khi bảo quản ở chế độ bảo quản lạnh ở nhiệt độ 1-10°C.

2. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm 1, bao gồm axit linoleic với lượng nằm trong khoảng từ 5,0 đến 32,0% khối lượng và axit α -linolenic với lượng là 0,8% khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu.

3. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó mùi vị của nó sau khi bảo quản một tuần không bị thay đổi so với mùi vị ban đầu trước khi bảo quản ở chế độ bảo quản lạnh.

4. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 3, trong đó:

lượng của (A) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, hoặc của (C) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, chất béo và/hoặc dầu ban đầu được tiếp tục tiến hành tẩy màu lần thứ hai và khử mùi lần thứ hai, nằm trong khoảng từ 30% khối lượng đến 40% khối lượng so với tổng khối lượng của chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu.

5. Chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 4, trong đó:

nồng độ 3-monoclopropan-1,2-diol (3-MCPD) trong chế phẩm này là 0,25 ppm hoặc nhỏ hơn và nồng độ glycidol là 0,07 ppm hoặc nhỏ hơn.

6. Sữa dùng cho trẻ sơ sinh chứa chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 5.

7. Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 5, bao gồm các bước sau:

(i) trộn (A) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó và (B) một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu ban đầu, mà đã được tẩy màu và khử mùi nhưng không được khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, để tạo ra chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este;

tẩy màu lần thứ hai chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô; và

tiếp đó khử mùi lần thứ hai chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô đã được tẩy màu lần thứ hai ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 220°C, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este, hoặc

(ii) (C) tẩy màu lần thứ hai chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó, và khử mùi lần thứ hai chất béo và/hoặc dầu đã được tẩy màu lần thứ hai ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 220°C để tạo ra chất béo và/hoặc dầu, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este, và

(D) tẩy màu và khử mùi, nhưng không khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu

ban đầu để tạo ra chất béo và/hoặc dầu, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este và

trộn chất béo và/hoặc dầu đã thu được từ các bước (C) và (D).

8. Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa chất béo và/hoặc dầu để sử dụng trong sữa dùng cho trẻ sơ sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 5, bao gồm các bước sau:

(i) trộn (A) chất béo và/hoặc dầu ban đầu được chọn từ dầu cọ đã được khử axit, tẩy màu và khử mùi và các dầu đã được cắt phân đoạn của nó và (B) một hoặc nhiều chất béo và/hoặc dầu khác với chất béo và/hoặc dầu ban đầu, đã được tẩy màu và khử mùi nhưng mà đã được tẩy màu và khử mùi nhưng không được khử mùi ở khoảng nhiệt độ 190-210°C, để tạo ra chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este;

tẩy màu lần thứ hai chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô; và

khử mùi lần thứ hai chất béo và/hoặc dầu nguyên liệu thô đã được tẩy màu lần thứ hai ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 220°C, trong đó chất bất kỳ trong số chất béo và/hoặc dầu chưa được chuyển hóa este.