

-1-

298.283



298283

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por " PROCEDIMIENTO PA

RA LA PREPARACION DE UNA EMULSION GRASA "

a favor de

UNILEVER N.V.

domiciliado en Museumpark 1, ROTTERDAM, HOLANDA,

PRIORIDAD: de la solicitud de patente inglesa núm.
13.753/63 del 5 de abril de 1.963.-

INVENTOR : Johannes Hendrik van ROON, de naciona-
lidad holandesa.-



2 982 83

Este invento se refiere a un procedimiento para la preparación de emulsiones grasas y a las emulsiones así preparadas.

Un objeto del invento es la preparación de una emulsión grasa pasteurizada y/o esterilizada y, si se desea, batible, que puede utilizarse como crema artificial, y que es flúida y permanece flúida durante su almacenamiento durante períodos de longitud considerable. El término "flúido" debe entenderse aquí en el sentido de que la viscosidad es tal que permite verter la emulsión fácilmente desde el interior de botellas u otros envases de cuello estrecho. Una de las finalidades previstas para tales emulsiones es la de proporcionar una crema artificial que no se coagula en café hirviente.

El objeto del invento en cuestión se ha alcanzado mediante la preparación de una emulsión grasa que comprende de 10 a 50% de grasa, una pequeña proporción (por ejemplo de 1 a 3%) de un caseinato alcalino junto con leche desnatada y/o leche completa propiamente dicha o en forma reconstituida, y mediante la pasteurización o esterilización de esta emulsión, preparándose el caseinato alcalino mediante la precipitación de la caseína a partir de la leche desnatada, lavando el precipitado de tal modo que se extrae por lo menos un 80% en peso de calcio, y disolviendo el precipitado en una solución acuosa de un compuesto básico de metal alcalino.

Se ha comprobado que el lavado de la caseína precipitada a fin de separar la parte principal del calcio es esencial para obtener emulsiones grasas que quedan en estado flúido después de la esterilización y en el curso de su almacenamiento después de la esterilización. Si bien la preparación de caseinato alcalino a partir de la caseína es tan sólo una reacción muy ligera que deja sin modificación sustancial la parte de proteína del complejo caseinato-cálcico - fosfato cálcico, de la leche (como puede comprobarse por medio de los modernos métodos analíticos, tales como electrofóresis de gel de almidón),



se modifica, no obstante, la parte mineral de este complejo. Es evidente que esta modificación, llevada a cabo por medio del lavado de la caseína antes de efectuar la solución en el álcali, desempeñe un papel importante en la obtención de las deseadas propiedades de las emulsiones grasas objeto de este invento.

Se estiman nuevos los caseinatos de metal alcalino preparados mediante el sistema descrito o mediante un cuerpo químico evidentemente equivalente al mismo y tales productos y su preparación quedan comprendidos en la presente invención. Los caseinatos de metal alcalino objeto del invento, según arriba indicado, se caracterizan por un contenido muy bajo de calcio (menos, en general, de 0,5%, por ejemplo de 0,3 a 0,4%), con relación al de la caseína ácida precipitada. La parte de proteína de la molécula en estos productos puede ser indistinguible de aquella de la caseína precipitada o de la del caseinato de metal alcalino preparado mediante disolución de la caseína precipitada, en álcali, sin la existencia de una fase intermedia de lavado. El metal alcalino puede ser potasio, pero, de preferencia es sodio.

Es preferible disolver el precipitado de caseína lavado, en una solución de un álcali fuerte, tal como hidróxido sódico.

La precipitación de la caseína a partir de la leche desnatada, se realiza preferentemente con un ácido en el punto iso-eléctrico.

Se ha hallado además que la calidad de las emulsiones puede mejorarse mediante adición de lecitina y/o bicarbonato sódico y/o citrato sódico, preferentemente en cantidades de 0,01 a 0,2% en peso, 0,05 a 0,02% en peso, y 0,005 a 0,2% en peso, respectivamente. Estos aditivos promueven la estabilidad de la emulsión.

Si se desea obtener una emulsión grasa batible, puede añadirse un monoglicérido, preferiblemente en una cantidad de 0,3 a 0,6% en peso.



2 2 8 2 8 3

El invento comprende también las emulsiones grasas preparadas de conformidad con los métodos objeto del mismo.

A continuación, en los párrafos a) a c) se dará más detallada información sobre la naturaleza de la grasa, la lecitina y el monoglicérido utilizados.

a) Grasa

Es utilizable cualquier grasa comestible o aceite comestible, naturales o hidrogenados, por ejemplo grasa de coco y aceite de cacahuate espesado. También se ha empleado la grasa de manteca con buenos resultados. Para obtener emulsiones batibles, se ha comprobado que resulta deseable utilizar aceites vegetales espesados que presentan una dilatación a los 20°C superior a 1000 y un punto de fusión oscilante por debajo de los 40°C.

Se ha comprobado que el contenido graso de las emulsiones con arreglo a este invento puede variar entre 10 y 50%. A este respecto, debe observarse que las propiedades favorables de las emulsiones batibles con respecto a su estructura rígida (ninguna exudación de agua y aire) sólo están presentes en emulsiones de más de un 20% de grasas; el comportamiento de la emulsión con un contenido graso inferior al 20% puede compararse con el de la crema natural.

b) Lecitina

La adición de una pequeña cantidad de lecitina de soja mejora la calidad de la emulsión; en particular, la calidad de la crema batida; las burbujas de aire son entonces pequeñas y se dispersan de modo uniforme. La lecitina de soja utilizada contenía una fracción insoluble en acetona de hasta el 65% de su peso.

c) Monoglicérido

En general, la adición de un "surfactante" es necesaria para obtener una crema batible. Se prefiere el uso de un monoglicérido comestible derivado de ácidos grasos saturados y no saturados. Es par-

288285



5 particularmente útil, por ejemplo, el producto registrado por Eastman
Kodak bajo el nombre comercial "Myverol 18-30". Este compuesto es un
monoglicérido destilado, derivado del sebo. Una concentración de 0,3
a 0,6% del monoglicérido es suficiente para obtener el grado deseado
de fluidez propio para permitir la operación de batido. Un aumento de
la cantidad de monoglicérido causa generalmente una mayor viscosidad
de la emulsión. Consecuentemente, el uso de concentraciones superio-
res a 0,6% no es recomendable. Se comprenderá que el término "mono-
glicérido comestible" comprende mezclas de mono- y di-glicéridos ta-
les como las que se utilizan comúnmente como emulsionantes en las com-
posiciones grasas comestibles.

10 En los siguientes Ejemplos se describirán las formas de rea-
lización preferentes de este invento:

Ejemplo 1 Preparación de caseinato sódico

15 Se preparó caseína a partir de leche desnatada diluída (una
parte de leche desnatada por una parte de agua) añadiéndose 10% de --
ácido acético a 30°C., hasta llegar a un valor pH de 4,6, esto es, el
punto iso-eléctrico de la caseína. A continuación, se lavó la caseí-
na con agua dulce (el agua de lavado no precisa estar libre de calcio;
20 puede igualmente utilizarse agua normal de grifo, que contiene cal-
cio). Se añadió, agitando vigorosamente, hidróxido sódico 1 N, a fin
de disolver la caseína. El valor pH de la solución resultante fue de
6,8 a 6,9.

25 Con frecuencia, será innecesario diluir la leche desnatada.
Sin embargo, el uso de leche desnatada no diluída puede exigir que ha-
ya de lavarse el precipitado dos veces en lugar de una para extraer --
por lo menos un 80% del calcio. El que sea o no posible utilizar le-
che desnatada no diluída puede depender, por otra parte, de las varia-
ciones temporales en la composición de la leche.

30 Ha de hacerse observar que también se han investigado solu--



298283

ciones de Na_2CO_3 y NaHCO_3 como solventes de la caseína. Los resultados con caseína disuelta por este procedimiento fueron en general menos favorables que en el caso del empleo de caseína disuelta en NaOH .

Ejemplo 2 Preparación de una emulsión grasa batible y fluida

a) La fase acuosa y la fase grasa de la emulsión a preparar se calentaron a 70°C en un baño de agua. Se agregó la fase grasa a la fase acuosa al tiempo que se agitaba con un turbo-agitador. La emulsión así obtenida presentó la siguiente composición:

- Fase grasa: 30,0 % grasa
- 0,3 % monoglicérido
- Fase acuosa: 1,5 % caseinato sódico (preparado según el Ejemplo 1)
- 39,3 % leche desnatada
- 0,05% lecitina de soja
- 0,18% bicarbonato sódico
- 0,01% citrato sódico
- agua hasta 100%

Viscosidad de unos 100 centipoises.

Se homogeneizó la emulsión obtenida por medio de un homogeneizador Rannie y después de verterla en botellas, se esterilizó en un esterilizador giratorio. La homogeneización se llevó a cabo a una temperatura superior a 60°C . La presión de homogeneización fue de 100 a 200 kg. por centímetro cuadrado.

Se obtuvo así una crema artificial de excelente calidad. Esta crema era fluida y batible y ofrecía una notable estabilidad; no se observó viscosidad en el tiempo que estuvo almacenada.

Mientras que la crema natural exuda gradualmente aire y agua después de su preparación, por el método objeto de este invento se han obtenido emulsiones batibles que no presentan prácticamente exudación de agua ni de aire. La estructura notablemente rígida de la com

298283

22



posición batida es probablemente originada por una interacción más fuerte entre el caseinato añadido y los glóbulos de la grasa que la que se obtiene con la interacción entre los glóbulos de la grasa y las proteínas de la leche en la crema natural.

5 b) Al variar el método que figura bajo el epígrafe a), se observó que si no se encontraba presente caseinato sódico, el producto quedaba espeso y no podía verterse de la botella después de haber permanecido almacenado durante toda la noche en un refrigerador. También se producía espesamiento después de tenerlo almacenado durante 10 3 ó 4 días a 20°C. La composición que contenía caseinato sódico con arreglo al invento permanecía, en cambio, flúida después de haber sido almacenada durante seis meses por lo menos.

15 Cuando se empleó caseinato sódico obtenido mediante la disolución de un precipitado de caseína, no lavado, en hidróxido sódico, se obtuvo una crema no flúida. Al comparar la utilización de una caseína lavada, disuelta en hidróxido sódico 1 N y en bicarbonato sódico 1 N, respectivamente, se comprobó que, en tanto la emulsión que contenía la caseína disuelta en NaOH permanecía flúida durante algunos 20 meses, por lo menos, la emulsión que contenía la caseína disuelta en NaHCO₃ espesaba ya después de tan sólo unas semanas.

25 Variando la cantidad de caseinato sódico preparado con arreglo al Ejemplo 1, dentro del margen de 1 a 3%, se halló que se obtenían buenos productos en toda esta proporción. Se investigó la influencia de las variaciones en el contenido de caseinato, por medio del ensayo Whitaker, que proporciona una medida de la estabilidad de la crema en café hirviente. En esta prueba se determinó la concentración CaCl₂ a la que coagulaba la crema. Este ensayo está descrito por 30 N. King en "Milchwissenschaft" 6 (1952), página 188. Al aplicar este ensayo, se observó que las composiciones que contenían de 1 a 3% de caseinato sódico requerían de 0,05 a 0,08 ml. de solución normal CaCl₂

298283



para coagular la crema.

Pueden esterilizarse los productos bajo diferentes combinaciones de temperatura y tiempo. La velocidad de rotación del eje del esterilizador no es crítica. La rotación puede ser tal que los ejes de las botellas se hallan paralelos al eje de rotación del esterilizador, o bien tal que los ejes de las botellas se hallan perpendiculares al mencionado eje de rotación. En general, las emulsiones obtenidas tienen tan buena estabilidad que el método de homogeneización y esterilización no es crítico. También se ha revelado favorable pasteurizar las emulsiones y subsiguientemente esterilizarlas durante un breve período. De este modo se demora mucho o se suprime un deterioro del sabor.

Ejemplo 3 Preparación de una emulsión flúida pero no batible

En la misma forma descrita en el Ejemplo 1, se preparó una emulsión grasa de la composición siguiente:

- 20 % grasa
- 2,5 % caseinato de sodio preparado conforme al Ejemplo 1
- 50 % leche desnatada
- 0,15 % lecitina
- 0,07 % bicarbonato sódico
- 0,007% citrato sódico
- agua hasta 100%

Viscosidad de unos 30 centipoises.

Esta emulsión se pasteurizó a continuación. La emulsión pasteurizada era flúida, no batible, y permaneció flúida después de su almacenamiento.

Se comprobó que, tal como en el Ejemplo 2(b), no se obtenía la deseada fluidez usando, en lugar del caseinato sódico de este Ejemplo, uno preparado a partir de una caseína no lavada y que la caseína disuelta en NaOH daba mejores resultados que una caseína disuelta en

- 9 - 22
2 982 83



5
- NaHCO₃.

También las emulsiones de este Ejemplo daban tan buena estabilidad que el método de homogeneización y estabilización no era crítico.

Si se desea, pueden añadirse vitaminas y/o agentes saporíferos a las emulsiones realizadas con arreglo a esta invención. Por ejemplo, pueden añadirse azúcares hasta un 2% en peso, particularmente lactosa. También puede emplearse caseinato sódico seco, dentro de este invento, para las emulsiones descritas.

10 En resumen, la Patente de invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

15 1. Procedimiento para la preparación de una emulsión grasa que comprende de un 10 a un 50% de grasa comestible, una pequeña proporción de un caseinato de metal alcalino, junto con leche desnatada y/o leche completa propiamente dicha o en forma reconstituida, donde el caseinato de metal alcalino ha sido preparado precipitando caseína procedente de leche desnatada, lavando el precipitado de tal modo que se extrae por lo menos un 80% del calcio y disolviendo el precipitado en una solución acuosa de un compuesto básico de metal alcalino, siendo la emulsión grasa pasteurizada y/o esterilizada.

20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el caseinato de metal alcalino se prepara disolviendo el precipitado de caseína lavado, en una solución de un álcali fuerte, tal como hidróxido sódico.

25 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el caseinato de metal alcalino se prepara a partir de caseína precipitada por medio de un ácido en el punto iso-eléctrico.

30 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1,

2 982 83²²



2 6 3, en el que se ha incorporado a la emulsión una pequeña proporción de lecitina.

5 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se ha incorporado a la emulsión una pequeña proporción de bicarbonato sódico.

6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se ha incorporado a la emulsión una pequeña proporción de citrato sódico.

10 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que se ha incorporado a la emulsión una pequeña proporción de monoglicérido comestible.

15 8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que se utiliza una grasa o un aceite vegetal espesado que posee una dilatación, a 20°C., superior a 1000, y un punto de fusión oscilante por debajo de los 40°C.

9. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA EMULSION GRASA".

20 Todo conforme se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de diez páginas mecanografiadas.

Madrid, 3 de Abril de 1.964

ALFONSO UNGRIA

P.D.

25

30