348743

NUMERO 348.743

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda.

ENUNCIADO: "METODO PARA LA FABRICACION DE UNA MARGARINA"

Prioridad: Patente británica n.º 58.378/66 del 30-12-66

Se refiere este invento a un método para la fabricación de un aceite de margarina mejorado, y, en particular a un método para la fabricación de un aceite de margarina especialmente adecuado para hacer margarinas semejantes a mantequilla.

El término "aceite" se emplea aquí en el sentido de incluir glicéridos de ácidos grasos, que, al ser sólidos a temperaturas ordinarias, se denominan commummente "grasas", así como los que comunmente se designan como "aceites". El término "aceite de margarina" significa un aceite vegetal con una cantidad sustancial de una fracción oleínica de un aceite parcialmente hidrogenado que es adecuado para ser utilizado como único aceite en una margarina.

Pruebas hechas entre los consumidores, han demostrado que, siendo idénticos todos los demás factores, cuanto más parecida a la mantequilla considera el consumidor que es una margarina, más aprecia la misma. Un objeto principal de la presente invención es el de aportar una grasa de margarina con la que pueden confeccionarse margarinas que el consumidor pueda considerar como muy semejantes a la mantequilla. El juicio respecto al grado de parecido es subjetivo y un método para comprobar esta cualidad es por medio de pruebas de paladeo llevadas a cabo por equipos de degustadores expertos. Por otra parte, la determinación de ciertas propiedades físicas es de valor en la estimación de la cualidad en cuestión. Se ha hallado así que margarinas que se asemejen estrechamente a la mantequilla pueden hacerse a partir de grasas que se fundan rápidamente en la boca, dando un líquido fino y no empalagoso y en las que dos, por lo menos, de las propiedades "dureza", "elasticidad" y "ductilidad" queden dentro de ciertos límites que se difinirán más abajo.

La presente invención aporta un método para la fabricación de una serie de nuevas grasas de margarina de las que pueden hacerse margarinas que, juzgadas por el citado método de degustación por equi

po o por la combinación de propiedades físicas específicas, se asemejan acusadamente a la mantequilla. Además, las margarinas hechas con estas nuevas grasas de margarina, pueden ser incluso mejores que la mantequilla, en virtud de su contenido de más altas proporciones de ácido linoleico natural, y pueden también poseer mejores propiedades de conservación debido a una mejor distribución del agua en la emulsión.

Las grasas de margarina conforme a la invención ofrecen una dilatación no superior a 40 a los 37ºC, no superior a 150 a los 30ºC, no inferior a 350 a los 20ºC, y a los 15ºC superior en por lo menos 300 unidades que a los 25ºC, y se fabrican mezclando un aceite del tipo aceite de nuez de coco y un aceite vegetal líquido con una cantidad substancial de una fracción de oleína de un aceite de rápida cristalización, parcialmente hidrogenado, fracción que se derrite entre los 30 y los 36ºC.

Todos los puntos de fusión mencionados en esta solicitud son "puntos de deslizamiento" según se define en Bailey: "Melting and Solidification of Fats" ("Fusión y Solidificación de las Grasas"), 1950, 110.

Los valores de dilatación se determinan por el método descrito en BoeKenoogen: "Analysis and Characterisatión of Oils, Fats and Fat Products" ("Análisis y Caracterización de Aceites, Grasas y Productos Grasos"), 1964, Interscience Publishers, Londres, 143-145.

Por la palabra "sustancial" se desea dignificar una cantidad de 35-80 % en peso de una fracción de oleína vegetal o una cantidad de 50-80 % en peso de una fracción de oleína animal. Por las palabras "fracción de oleína" de una grasa parcialmente hidrogenada se desea significar la fracción de fusión más baja de dicha grasa, de la que se han extraído del 15 al 45 % en peso de los constituyentes de fusión más elevada.

De los aceites animales, un 90 % en peso, por lo menos de todos los ácidos grasos presentes habrán de contener menos de tres -

dobles enlaces.

Los aceites animales de más de un 10 % en peso de ácidos grasos con tres o más dobles enlaces, como la mayor parte de los aceites de animales marinos, desarróllan en general sabores, como resultado de un proceso de oxidación, y por tal razón resultan inadecuados para una margarina de buena calidad.

La fracción oleínica puede ir mezclada con toda clase de aceites vegetales líquidos en una proporción del 10 al 30 % en peso, aceites que pueden o no haber sido sometidos a una interesterificación y/o tratamientos de ligera hidrogenación.

En principio, todos los aceites vegetales líquidos que tengan buen sabor y buenas cualidades de conservación pueden mezclarse con la fracción de oleína para dar una composición de aceite de margarina.

De preferencia, los aceites vegetales líquidos pertenecerán al grupo comprensivo del aceite de soja, aceite de girasol, aceite de alazor, aceite de cereal, aceite de cacahuete, aceite de colza, aceite de semilla de algodón, etc., aceites que pueden haber sido sometidos a un tratamiento suave de espesado para conservar su carácter líquido. Especialmente el aceite de soja se trata con frecuencia de este modo, a fin de mejorar la estabilidad de su gusto sin perjudicar su fluidez.

Por otra parte, los aceites del tipo del aceite de nuez de coco se incorporarán de preferencia en el aceite de margarina en una proporción del 10 al 40 % en peso, especialmente para llevar la diferencia en los valores de dilatación a 15 y 25ºC del aceite de margarina final a la zona correspondiente a la mantequilla. Por aceites del tipo del aceite de nuez de coco han de entenderse aceites como el de nuez de coco, el de semilla de palma, el aceite de babassú y cualesquiera otros aceites contentivos de cantidades impor-

tantes de ácidos grasos C_{12} y C_{14}. Dentro del campo de esta invención, llamaremos a estos aceites "aceites naturales del tipo del aceite de nuez de coco". Aparte de los aceites naturales del tipo del aceite de nuez de coco, pueden también utilizarse aceites artificiales, los cuales son obtenidos por un tratamiento de hidrogenación de ciertos aceites, que presentan una composición de ácidos grasos diferentes de las de los aceites naturales del tipo del aceite de nuez de coco.

Los aceites artificiales del tipo del de nuez de coco se preparan con aceites contentivos de no más del 20 % de ácidos grasos saturados, tales como el aceite de girasol, el aceite de alazor, el aceite de cacahuete y el aceite de colza, que han sido sometidos a un tratamiento de hidrogenación bajo condiciones iso-promovedoras, para elevar acusadamente su contenido en trans-ácidos, o una fracción de oleína de los aceites así tratados con un contenido en trans-ácidos aumentado. De preferencia, se utilizan los aceites de hidrogenación o fracciones de oleína con un contenido de transácidos de 60-80 %.

Estos aceites habrían de hidrogenarse bajo condiciones establecidas de modo que los mismos o las fracciones de los mismos tengan una línea dilatación/temperatura tal que la diferencia entre D_{15} y $D_{25} + D_{30}$ sea superior a 500, y se hayan obtenido puntos de fusión deslizantes de 25 a 30ºC ("D" indica la dilatación).

El aceite vegetal líquido puede ir mezclado con la fracción oleínica en una cantidad del 10 al 30 % en peso, como ya se ha indicado. Cuando se usa un aceite natural del tipo del de nuez de coco como tercer componente del aceite de margarina, puede incorporarse a la mezcla una cantidad de 10 - 35 % en peso. Sin embargo, cuando se utiliza una mezcla de aceites naturales y artificiales del tipo del de nuez de coco, mezcla que puede haber sido sometida a un tratamiento de interesterificación, se incorporará, de preferencia

una cantidad del 10 al 40 % en peso.

Es posible asimismo reemplazar completamente los aceites naturales del tipo del de nuez de coco por los productos artificiales. En tal caso, ha de añadirse una cantidad del 20 al 40 % en peso de los aceites artificiales del tipo de aceite de nuéz de coco, a la fracción de oleína y al aceite vegetal líquido.

La proporción entre la cantidad de aceite vegetal líquido y el aceite del tipo del de nuez de coco será, de preferencia de 1,50 como máximo.

La invención aporta también un método para la fabricación de una margarina a partir del aceite de margarina descrito, en el cual el aceite de margarina y una fase acuosa son sometidos a condiciones de enfriamiento y cristalización en uno o más trocadores de calor de superficie rugosa y tubos de reposo durante por lo menos dos minutos, tras de lo cual se envasa y almacena la margarina a una temperatura de 10-20ºC.

En el equipo usual de fabricación de margarina cristalizarán rápidamente muchas grasas espesadas y desarrollarán polimorfos de constituyentes de alta fusión, mediante la modificación de preparación alfa en beta-prima.

Por otra parte, es posible que se desarrollen pequeños cristales durante las fases de enfriamiento y cristalización, cristales que aumentarán al hallarse en reposo la margarina, lo cual causará la fragilidad de la misma. En algunos casos, este desarrollo es ocasionado por una transición de la modificación beta-prima a la beta. Se ha comprobado que los glicéridos presentes en las margarinas de la presente invención permanecen sustancialmente en una modificación beta-prima estable.

Además, es importante que la fracción oleínica del aceite parcialmente hidrogenado sea una fracción grasa de cristaliza-

ción prácticamente rápida, es decir, que haya un gran aumento en el porcentaje de fase sólida por unidad de tiempo durante el tratamiento de enfriamiento y cristalización, debido a que tras este tratamiento de enfriamiento y cristalización, la margarina permanecerá plástica durante el almacenamiento, y habrá que conteñer una poscristalización a fin de disminuir el porcentaje de reblandecimiento por manipulación.

El grado de cristalización es un factor determinante en la elección del aceite vegetal o animal parcialmente hidrogenado que se trate de fraccionar.

Se determina este factor calentando un dilatómetro lleno de grasa, hasta una temperatura a la cual se funda completamente la grasa, por ejemplo a 60ºC. Se sitúa después el dilatómetro en un baño a una temperatura a la cual se mide el grado de cristalización, por ejemplo 0ºC. A partir de este momento, se lee el volumen del dilatómetro a intervalos regulares. A partir de estos volúmenes, pueden calcularse las dilataciones como función de tiempo y, a continuación puede calcularse el grado de cristalización por la fórmula:

$$\log \frac{D_m}{D_m - D_t} = K_t$$

en la que D_t = dilatación en un tiempo t

D_m = la más alta dilatación alcanzada a la temperatura de medida

K_t = grado constante (dimensión min. $^{-1}$).

Dentro del campo de esta invención, puede decirse que una grasa es de rápida cristalización cuando el grado constante a los 0ºC es de por lo menos $5,0 \times 10^{-2}$.

Se ha comprobado que especialmente una fracción fundente a los 30 - 36ºC de aceite de semilla de algodón, aceite que fue hidro-

genado antes del fraccionamiento bajo condiciones iso-promotoras hasta obtenerse un punto de fusión de aproximadamente 37ºC, es un componente muy adecuado en la base grasa del aceite de margarina de este invento.

Por otra parte, pueden utilizarse varios aceites vegetales, como por ejemplo los aceites de girasol y de alazor, parcialmente hidrogenados y fraccionados después hasta lograrse una fracción de un punto de fusión de 30 - 36ºC, siempre que el aceite que se fraccione cristalice rápidamente y presente propiedades organolépticas acceptables.

El aceite que se trate de fraccionar será un aceite parcialmente hidrogenado. Por aceite parcialmente hidrogenado deseamos significar un aceite hidrogenado contentivo de por lo menos un 25% en peso de ácidos grasos insaturados, basado en la cantidad total de ácidos grasos.

De preferencia, se tratan los aceites vegetales con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación, con polución de azufre, iso-promotora, a fin de obtener un aceite espesado de las especificaciones deseadas (dilataciones de licuación y punto de fusión de 35 a 40ºC). Puede, por ejemplo, efectuarse el espesamiento con un 0,5 % en peso de un catalizador de níquel con polución de azufre, precipitado en Kieselguhr, a temperaturas de 150 - 180ºC.

En esta forma, es posible obtener glicéridos con una cantidad de trans-ácidos de 50 - 70 % en peso, basado sobre la cantidad total de ácidos grasos.

Puede también llevarse a efecto el tratamiento de espesamiento con un níquel fresco, precipitado y no polucionado sobre un catalizador de gúhr. Se efectúa especialmente este espesamiento cuando se emplean aceites tales como ciertos tipos de acei-

tes de soja, que no permanecen estables en cuanto a sabor después de un tratamiento con un catalizador contentivo de azufre. Tales aceites, por consiguiente, se espesan, de preferencia, con un catalizador de níquel fresco a temperaturas de 180ºC aproximadamente. Este espesamiento, puede también realizarse en dos o más fases, por ejemplo a 100 y a 180ºC. Con este tipo de espesamiento, pueden obtenerse también altos contenidos de trans-ácidos grasos, por ejemplo de un 40-60% en peso basado en el total de ácidos grasos. Así pues, con este tipo de espesamiento, no se promueve la formación de trans-ácidos por medio de la elección del catalizador, sino por el nivel de temperatura al cual se lleve a efecto la hidrogenación.

Cuando se utiliza una fracción oleínica de un aceite animal, como, por ejemplo, sebo de vaca o de cordero, o tocino, hay que hidrogenar el aceite sólo en un grado muy moderado antes del fraccionamiento, empleando de preferencia un catalizador metálico que sea menos activo que un catalizador de níquel. Un catalizador adecuado de este tipo es un catalizador contentivo de cobre, utilizado en una proporción de 0,01 - 0,5 % en peso, calculado sobre el aceite a temperaturas de 150 - 250ºC para conseguir una baja disminución en el valor de yodo del producto tratado.

Durante la hidrogenación, se origina una mejoría en la estabilidad de color y sabor del aceite, lo que le hace adecuado como aceite de margarina.

Resulta sorprendente que un aceite animal, como por ejemplo el sebo, mediante tal tratamiento, que combina una ligera hidrogenación con una mejoría general en las propiedades de sabor y conservación, proporcione una fracción oleínica con propiedades que la hacen eminentemente apropiada para la obtención de una margarina de alta calidad. Esta ligera hidrogenación se caracteriza por un descen

so en el valor del yodo de 1 6 2 a 5 6 6 puntos.

Sólo pueden emplearse aceites animales que después de tal tratamiento presenten propiedades órganolépticas aceptables.

El fraccionamiento del aceite puede efectuarse por varios métodos ya conocidos en el ramo, como por ejemplo con ayuda de disolventes o en presencia de una solución acuosa contentiva de una pequeña cantidad de un agente humectante. Por lo general, se prefiere un método en el que se caliente el aceite hasta aproximadamente 60ºC, y se enfríe rápidamente hasta los 40ºC, a lo que siga un enfriamiento gradual de 33 a 36ºC en unas 4 horas, manteniéndolo después a esta temperatura durante 2 horas. El enfriamiento ha de llevarse a efecto bajo una ligera agitación. Después del período de cristalización, se filtran las estearinas en la forma usual. Se obtiene la oleína en una proporción de por lo menos un 50 % en peso, lo que dependerá de la composición de ácidos grasos del aceite hidrogenado. Resulta ventajoso extraer, de un aceite hidrogenado de semilla de algodón una proporción del 15 al 30 % en peso; del aceite de soja, una proporción del 20 al 36 % en peso, y del sebo de vaca una proporción del 35 al 45 % en peso.

El factor determinante en la realización del tratamiento de fraccionamiento es el punto de fusión requerido de la fracción oleínica, que, en general es independiente del descenso del valor yodo.

Se obtienen, por ejemplo, composiciones adecuadas mezclando un 20 % de un aceite líquido tal como el aceite de maíz o de girasol, con un 20 % de aceite de nuez de coco y/o de semilla de palma, un 5 % de aceite de palma y un 55 % de una fracción oleínica de aceite de semilla de algodón de un punto de fusión de 32 - 33ºC, aceite de semilla de algodón que antes del fraccionamiento había sido sometido a un tratamiento de hidrogenación hasta obtenerse un

punto de fusión de 36 - 38º.

La margarina preparada a partir del aceite de margarina del presente invento, puede fabricarse en los trocadores de calor ordinarios, tubulares y cerrados, de superficie rugosa, según descrito en "Margarine" por A.J.C. Anderson y P.N. Williams, Pergamon Press 1965, pags. 246 y sig.

Son especialmente adecuadas las instalaciones Votator según se describen en las memorias descriptivas de patentes británicas 639.743, 650.481 y 765.870.

Es importante que la mezcla de aceite de margarina y fase acuosa se someta a condiciones de enfriamiento y cristalización durante por lo menos dos minutos, para obtener una margarina que se halle prácticamente cristalizada antes de entrar en la unidad de envasado.

Por otra parte, la margarina no debe permanecer demasiado tiempo en el equipo Votator, ya que entonces la emulsión quedaría demasiado trabajada y se volvería demasiado blanda.

Los tiempos preferidos de permanencia son de 5 a 10 minutos.

Aparte del tiempo necesario para el enfriamiento y la cristalización, se prefiere que la temperatura de la margarina antes de que entre en la unidad de envasado sea de 10 a 15ºC.

Para conservar el mayor tiempo posible las propiedades mantecosas de la margarina así preparada, deberá almacenarse el producto a temperaturas de 10 a 20ºC, de preferencia de 12 a 16ºC.

Se ha mencionado más arriba la comprobación de la similitud con la mantequilla en términos de ciertas propiedades físicas, por lo que daremos a continuación algunos detalles más de este método. El tiempo de fusión en la boca deberá ser lo más breve posible, y en ningún caso superior a 15 segundos, y al derretirse, deberá producir

un líquido ligero y no empalagoso. Esta cualidad de fusión en un líquido ligero puede estimarse mediante un sistema de comprobación de cualidad comestible que describiremos a continuación. El módulo elástico G a 12,5 hasta 17,5ºC no deberá ser, de preferencia, superior a $20,10^6$ dinas/cm^2, y es de desear que sea inferior a $16,10^6$ dinas/cm^2.

El reblandecimiento por manipulación en los mismos límites de temperatura no deberá ser superior al 70 % y, de preferencia será de entre 50 y 60 %. La dureza en estos límites de temperatura será de entre 400 y 1.250, de preferencia de 750 a 850.

Las mediciones de elasticidad se hacen según descrito por A. J. Haighton en Chem. Weekblad 60 (1964), págs. 508-511.

El reblandecimiento por manipulación es la relativa disminución de dureza de una muestra de mantequilla o de margarina tras un tratamiento mecánico y se determina amasando la muestra isotérmicamente y midiendo la dureza antes y después del amasado. Se mide la dureza de las muestras de mantequilla o de margarina con ayuda de un penetrómetro cónico, por el método de A.J. Haighton, según descrito en J.Am. Oil Chem. Soc. 36 (1959), págs. 345-348; el ablandamiento por manipulación se mide por un método del mismo autor y se describe en J.Am. Oil Chem. Soc. 42 (1965), págs. 27-30.

Con respecto a las propiedades órganolépticas, la margarina debe ser rápida y finamente fundente en la boca.Tales propiedades órganolépticas pueden determinarse por la prueba de cualidad comestible. Esta prueba se realiza bajo las siguientes condiciones: se dejarón en reposo los bloques de margarina destinada a comprobación, a 15ºC durante por lo menos 24 horas en una zona de almacenamiento, de tal modo que circulaba aire libre en torno a los bloques, con lo que la totalidad del bloque alcanzaba la temperatura de 15ºC. Se formaron muestras de 1 gramo con un cuchillo idóneo.

Se colocaron una o más pastillas del producto que se quería probar, por parte de cada miembro del equipo en un trozo de papel impermeable a la grasa, previamente enfriado. Se introdujeron en la boca una pastilla y la masticaron con movimientos regulares de aproximadamente dos por segundo. La rapidez de fusión se expresa en el número de segundos necesarios para que la muestra se derrita en la boca. Al mismo tiempo, el sujeto realizador de la prueba da su impresión de la "sensación en la boca" de la muestra derretida. Esta comprobación se expresa en signos del 1 al 10, con los siguientes significados:

1 = espesa, muy viscosa, masticable

5 = moderada

10 = fusión muy fina

mientras que el resto de los números indican graduaciones intermedias.

Por lo que respecta al "parecido general con la mantequilla", la margarina deberá dar al equipo una impresión de semejanza con la mantequilla en cuanto a la comprobación manual y a su aspecto, que se expresará así:

1 = muy pequeña semejanza

3 = pequeña semejanza

5 = semejanza moderada con la mantequilla

8 = buena semejanza

10 = no distinguible de la mantequilla,

mientras que los demás números podrán dar las graduaciones intermedias.

Los ejemplos siguientes ilustrarán la invención:

Ejemplo 1

Se preparó aceite de semilla de algodón hidrogenado mediante hidrogenación de un aceite refinado de semilla de algodón ba-

jo condiciones iso-promotoras en presencia de 0,5 % en peso de un catalizador de níquel polucionado con azufre, precipitado en Kieselguhr, a una temperatura de 170ºC y a presión atmosférica, hasta llegar a un punto de fusión de 36ºC y un contenido "trans" del 58 %. El aceite hidrogenado de semilla de algodón presentaba una graduación constante de K_t de $8,3 \times 10^{-2}$. A continuación, se fraccionó el aceite en seco, en la forma ya descrita en la memoria hasta extraerse una cantidad del 27 % en peso de estearina y llegar a un punto de fusión de la oleína de 32ºC.

Se tomó un aceite de margarina de la siguiente composición:

20 % de aceite de girasol

20 % de aceite de nuez de coco

5 % de aceite de palma

55 % del aceite de semilla de algodón descabezado,

y se mezcló con una fase acuosa de aproximadamente un 16 % en peso á una temperatura de 39ºC y se trató en el aparato descrito en la Memoria de patente británica 650.481 y en "Margarine", por A.J.C. Andersen y P.N. Williams, en la pág. 255.

Se alimentó con la mezcla previa (junto con la emulsión recirculada) una unidad de precristalización y, a continuación se pasó a una unidad Votator A.

Las temperaturas (ºC) eran:

precristalizador, entrada 16

precristalizador, salida 26

unidad A, entrada 25

unidad A, salida 7

La emulsión enfriada fue pasada a continuación a una unidad Votator B, donde se cristalizó aún más.

Los tiempos de permanencia (seg.) fueron:

precristalizador 100

unidad A 12

unidad B 200

Se determinaron las características reológicas de la margarina así obtenida, y también se llevó a cabo una "prueba de cualidad comestible"

Los resultados del análisis fueron:

Dureza a los 15ºC (g/cm^2) - 850

Reblandecimiento por manipulación a los 15ºC (%) - 60

Módulo elástico G a los 15ºC (dn/cm^2) - $13,4 \times 10^6$

Valores de dilatación - D_{20} = 450

D_{30} = 80

D_{37} = 0

$D_{15} - D_{25}$ = 400

Comprobación del equipo

Tiempo de fusión en la boca de 1 g de muestra a 15ºC : 10 seg.

Sensación en la boca de la muestra derretida (puntuación : 8 - 9

Semejanza general con la mantequilla (puntuación): 7- 8

Ejemplo 2

En el equipo descrito en la Memoria de patente británica 765.870 fue tratado una composición de margarina consistente en:

55 % de aceite de semilla de algodón descabezado, de la misma producción que el utilizado en el Ejemplo 1

25 % de aceite de girasol, y

20 % de aceite de nuez de coco.

Se introdujo una cantidad de 0,9 toneladas/hora de una parte de la mezcla de grasa (a 34ºC) y de la fase acuosa (a 10ºC) en

la primera de dos unidades Votator A. Tras 10 seg., la mezcla dejó estas unidades A a una temperatura de 13ºC y fue combinada con una cantidad de 0,7 toneladas/hora del resto de la mezcla grasa (a 28ºC). Esta mezcla de 1,6 toneladas/hora pasó por dos unidades de precristalización y llegó a la primera de las cuatro unidades A siguientes tras 320 seg. con una temperatura de 24ºC.

Después de 12 seg., se introdujo la emulsión en las unidades B a una temperatura de 10ºC, y en 63 seg. la margarina alcanzó la unidad de envasado a una temperatura de 13,5ºC.

Los resultados del análisis fueron:

Dureza a los 12,5ºC (g/cm^2): 900

Reblandecimiento por manipulación a 12,5ºC (%): 68

Módulo elástico G - a 12,5ºC (dn/cm^2): $19,5 \times 10^6$

" " a 15ºC (dn/cm^2): $16,1 \times 10^6$

Valores de dilatación: $D_{20} = 450$

$D_{30} = 50$

$D_{37} = 0$

$D_{15} - D_{25} = 385$

Comprobación equipo:

Tiempo fusión en la boca de una muestra de 1 g a 15ºC: 12 seg.

Sensación en la boca de la muestra fundida (puntuación): 7-8

Semejanza general con la mantequilla (puntuación): 8

Ejemplo 3

Se preparó una margarina a partir de un aceite de margarina consistente en:

55 % de una fracción de aceite de semilla de algodón endurecido,

25 % de aceite de semilla de algodón,

20 % de aceite de semilla de palma.

El aceite de semilla de algodón endurecido, que tenía un grado constante K_t de $8,3 \times 10^{-2}$ se endureció hasta un punto de fusión de 35 - 37ºC bajo las mismas condiciones descritas en el Ejemplo 1 y se descabezó a los 34ºC a constituir un producto que presentaba las siguientes dilataciones:

$D_{20} = 1175$ $\quad D_{37} = 0$

$D_{30} = 315$ $\quad D_{15} - D_{25} = 540.$

Se mezoló previamente el aceite con un 16 % en peso de una fase acuosa en un recipiente agitado, a una temperatura de 38ºC, y se hizo pasar por una unidad Votator A, durante 15 segundos. La emulsión alcanzó la unidad B, provista de una placa perforada con orificios de 2 mm. a una temperatura de 6 - 8ºC y después de un periódo de reposo de 8 minutos, llegó a la unidad de envasado a una temperatura de 13-14ºC.

Los factores de dilatación y elasticidad de la margarina preparada conforme a la presente invención se determinaron y compararon con los de la mantequilla y con los de una margarina doméstica de buena calidad. Los resultados aparecen en la siguiente tabla:

Dilataciones

Temp. (ºC)	Margarina invento	Mantequilla	Margarina doméstica
15	690	680	570
20	460	380	240
25	230	240	120
30	50	135	40
37	15	40	10
Temp. (ºC)	Módulo elástico G (x 10^6 dn/cm^2)		
15	19	8	40

Los valores de dureza indicados por valores C se estima-

ron una semana después de la producción.

Se almacenaron muestras de la margarina y de la mantequilla a la temperatura de medición.

En la siguiente tabla se dan los resultados de las pruebas de dureza y reblandecimiento por manipulación.

Valores C y de dureza estructural de la margarina según la invención y de la mantequilla:

Producto	Temperatura	Valor C g/cm^2	Reblandecimiento por manipulación (%)
Margarina según la invención	15	955	55
Mantequilla	15	1045	59
Margarina doméstica	15	820	80

En la tabla siguiente aparecen los resultados de la experimentación del equipo:

Comprobación equipo	Margarina según invento	Margarina doméstica	Mantequilla
Tiempo fusión en la boca a 15ºC (seg.)	12	12	11
Sensación en la boca de la muestra fundida (puntuación)	9	8	9
Semejanza general con la mantequilla (puntuación)	8,6	6,5	10

Puede verse por las tablas que las propiedades reológicas de la margarina de la presente invención presentan una comparación favorable con las de la mantequilla, en tanto que los resultados de

3 157 468

la experimentación realizada por el equipo fueron del mismo orden o ligeramente mejores. La margarina doméstica mostró una consistencia claramente diferente, como puede verse en su dureza estructural.

Ejemplo 4

En el mismo equipo utilizado en el Ejemplo 1, se prepararon tres margarinas, tanto con un bajo contenido de aceite de nuez de coco, como sin tal aceite. El aceite de nuez de coco fue total o parcialmente reemplazado por un aceite artificial del tipo del aceite de nuez de coco, tal como el aceite de alazor, que había sido hidrogenado bajo condiciones iso-promotoras, hasta obtenerse un punto de fusión de 26ºC, en presencia de 0,5 % en peso de un catalizador de níquel con polución de azufre, a una temperatura de 170ºC y a la presión atmosférica. La fracción de aceite de semilla de algodón endurecido fue de la misma tanda de producción que el empleado en el Ejemplo 1.

Las composiciones de la base grasa, las dilataciones, los grados de consistencia, etc. aparecen combinados en la tabla siguiente:

Expt. nº	1	2	3
Composición:	50 % aceite semilla algodon descabezado, endurecido.	50% aceite semilla algodón descabezado, endurecido.	35% aceite semilla algodón descabezado, endurecido
	25% aceite semilla girasol	25% aceite semilla girasol	25% aceite semilla girasol
	5% aceite nuez de coco		
	5% aceite de palma	5% aceite de palma	5% aceite de palma
	15% aceite de alazor endurecido hasta p.f.26ºC.	20% aceite alazor endurecido hasta p.f. 26ºC.	35% aceite alazor endurecido hasta p.f. 26ºC.

Condiciones trabajo:	Temp. tras 2ª unidad A (ºC)		
	5,4	4,4	2,0
	Temp. al envolver (ºC)		
	14,3	14,4	10,7
Análisis:	Consistencia (después de 1 semana a 15ºC):		
	Dureza (g/cm^2)		
C_{15}	1135	1210	735
C_{20}	360	505	255
	Reblandecimiento por manipulación (%)		
	62	56	42
	Módulo elástico G (dn/cm^2)		
	$17,7 \times 10^6$	$34,5 \times 10^6$	$29,4 \times 10^6$
Valores de dilatación a:			
20ºC	555	590	540
30ºC	150	100	70
37ºC	20	10	0
25º-15ºC	405	385	395
Comprobación equipo:			
	Tiempo fusión en la boca a 15ºC (seg.):		
	14	13	10
	Sensación en la boca de la muestra fundida (puntuación):		
	7	8	9
	Semejanza general con la mantequilla (puntuación):		
	7,9	7,6	7,3

Ejemplo 5

Se tomó un aceite de haba de soja refinado, de un valor en yodo de 130, se hidrogenó en dos etapas, primero a una temperatura de 100ºC hasta que se obtuvo un valor en yodo de 102, y después a 180ºC, hasta obtenerse un valor en yodo de 68.

Se llevó a efecto la reacción a una presión atmosférica y en presencia de 0,15 % en peso de níquel recien precipitado sobre catalizador de kieselguhr. El aceite obtenido tenía un contenido "trans" de 44 % en peso basado sobre la cantidad total de ácidos grasos. El aceite de soja hidrogenado presentaba un grado constante Kt de $6,1 \times 10^{-2}$.

Tras la hidrogenación, se fraccionó el aceite en seco a una temperatura de 34ºC en la forma ya descrita, hasta extraerse una cantidad de 31 % en peso de estearina. En el mismo equipo descrito en el Ejemplo 1 se preparó una margarina a partir de la siguiente base grasa, que había sido sometida a un tratamiento de interesterificación:

Composición grasa: 70 % del aceite de haba de soja descabezado, endurecido.

20 % de aceite de nuez de coco

10 % de aceite de haba de soja ligeramente endurecido.

La investigación de consistencia dio los siguientes resultados:

Dureza (g/cm^2) - 925

C_{15}

Reblandecimiento por manipulación a 15ºC - 63 %

Módulo elástico G (dn/cm^2) - $16,3 \times 10^6$

Valores de dilatación a: 20ºC - 505

30ºC - 80

37ºC - 0

15-25ºC - 445

Comprobación equipo: Tiempo fusión en la boca a 15ºC (seg.): 13

Sensación en la boca (puntuación): 9

Semejanza general con la mantequilla: 7,8

Los resultados de la experimentación del equipo y las buenas propiedades reológicas muestran que con el aceite de soja descabezado, endurecido, puede obtenerse una margarina sumamente plástica.

Ejemplo 6

Se preparó una margarina a partir de un aceite de margarina que contenía:

70 % de óleo-sebo

20 % de aceite de nuez de coco

10 % de aceite de girasol.

El óleo-sebo se preparó a partir de un sebo hidro-refinado del que se extrajo un 40% en peso descabezándose, a 40 y 35ºC, respectivamente.

La hidro-refinación del sebo se llevó a efecto en presencia de un catalizador contentivo de cobre, que se preparó co-precipitando cobre, magnesio y sílice, en una proporción de 0,1 % en peso, basada en la cantidad de aceite calculada como cobre.

Se efectuó la reacción a una temperatura de 185ºC y una presión de 3-5 atmósferas.

El valor yodo del sebo descendió de 46,4 a 45,2 y el contenido "trans" del aceite hidro-refinado fue de 10 %, basado en la cantidad total de ácidos grasos. Antes del tratamiento de fraccionamiento, el sebo hidro-refinado tenía un grado constante K_t de $6,5 \times 10^{-2}$. Se mezcló el aceite de margarina con una cantidad del 16 % en peso de una fase acuosa.

Se preparó la margarina con el equipo descrito en el Ejemplo 3.

Las condiciones de trabajo en la instalación Votator fueron las siguientes:

Temperatura mezcla previa (ºC) - 38 - 40

" antes unidad A (ºC) - 36 - 38

" después unidad A (ºC) - 5 - 7

Temperatura envasado (ºC) - 15 - 16

Tiempo permanencia unidad A (seg.) - 24

Tiempo permanencia unidad B (seg.) - 200

Los resultados del análisis tras un almacenamiento de una semana a 15ºC fueron:

Dureza a 12,5ºC (g/cm^2) - 685

Reblandecimiento por manipulación a 12,5ºC (%) - 63

Módulo elástico G a 12,5ºC (dn/cm^2) - $12,7 \times 10^6$

Valores dilatación a 20ºC - 465

30ºC - 145

37ºC - 30

15-25ºC - 390

Comprobación equipo:

Tiempo fusión en la boca a 15ºC (seg.) - 12

Sensación en la boca de la muestra fundida (puntuación): 7

Semejanza general con la mantequilla (puntuación): 7,4.

Por cuanto queda indicado, resulta evidente que puede prepararse una excelente margarina a partir de un sebo fraccionado e hidro-tratado.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

1. Método para la fabricación de una margarina que contiene un aceite de margarina que presenta dilataciones a los 37ºC no superiores a 40, a 30ºC no superiores a 150, a 20ºC no inferiores a 350, y a 15ºC de por lo menos 300 unidades más que a 25ºC, caracterizado por el hecho de que se mezcla un aceite del tipo del aceite de nuez de coco con un aceite vegetal líquido y una cantidad sustancial en peso de una fracción oleínica de un aceite de rápida cristalización (según se define en la presente), parcialmente hidrogenado, fracción que se funde entre los 30 y los 36ºC y el aceite de margarina - obtenido es subsiguientemente amulsionado con una fase acuosa y sometido a condiciones de cristalización y enfriamiento.

2. Método según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se mezcla la fracción oleínica con 10 - 30% en peso de - un aceite vegetal líquido y un 10 - 35% en peso de por lo menos un — aceite del tipo del aceite de nuez de coco natural, siendo la proporción entre la cantidad del aceite vegetal líquido y el aceite natural del tipo del de nuez de coco de, cuando más, 1,50.

3. Método según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se mezcla la fracción oleínica con 10 - 30% en peso de un aceite vegetal liquido y 10 - 40% en peso de una mezcla de por lo menos un aceite del tipo de aceite de nuez de coco natural, y por lo menos un aceite del tipo del de nuez de coco artificial, siendo la - proporción entre la cantidad del aceite vegetal líquido y la mezcla de 1,50 como máximo.

4. Método según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se mezcla la fracción oleínica con 10 - 30% en peso de - un aceite vegetal líquido y 20 - 40% en peso de un aceite del tipo del aceite de nuez de coco artificial, siendo la proporción entre la cantidad de aceite vegetal líquido y la del aceite del tipo de aceite de

muez de coco artificial de 1,50, cuando más.

5. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que la fracción oleínica se obtiene a partir de un aceite vegetal, parcialmente hidrogenado bajo condiciones iso-promotoras hasta que se obtiene un punto de fusión de 35-40ºC, y fraccionado después.

6. Método según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el aceite vegetal es aceite de semilla de algodón.

7. Método según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el aceite vegetal es aceite de girasol.

8. Método según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el aceite vegetal es aceite de alazor.

9. Método según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el aceite vegetal es aceite de haba de soja.

10. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que se obtiene la fracción oleínica a partir de un aceite animal, que se hidrogena en presencia de un catalizador contentivo de cobre o de un compuesto de cobre, hasta obtenerse un descenso en el valor del yodo de 1 ó 2 a 5 ó 6 puntos, y después se fracciona.

11. Método según la reivindicación 10, caracterizado por el hecho de que el aceite animal es sebo.

12. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, caracterizado por el hecho de que la fracción oleínica del aceite hidrogenado se obtiene por fraccionamiento, hasta que se ha extraído una proporción del 15 al 45% en peso de las estearinas.

13. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-12, caracterizado por el hecho de que, como aceite vegetal líquido, se emplea un aceite del grupo constituído por el aceite de haba de soja, el aceite de girasol, el aceite de alazor, el aceite de cacahuete, el

aceite de semilla de algodón, aceites que pueden haber sido sometidos a un tratamiento de ligero espesamiento, sin pérdida de su carácter - líquido.

14. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-13, caracterizado por el hecho de que, como aceites artificiales del tipo del aceite de nuez de coco, se utilizan los del grupo constituído por aceites vegetales líquidos que han sido hidrogenados bajo condiciones iso-promotoras hasta puntos de fusión de 25-30ºC.

15. Método para la fabricación de una margarina, caracterizado por el hecho de que el aceite de margarina fabricado conforme a cualquiera de las reivindicaciones precedentes, y una fase acuosa, se emulsionan y someten a condiciones de enfriamiento y cristalización en uno o más trocadores de calor de superficie rugosa y tubos de reposo durante por lo menos dos minutos, tras de lo cual se envasa la margarina y se almacena a una temperatura de 10-20ºC.

16. Método según la reivindicación 15, en el cual el aceite de margarina y la fase acuosa se someten a condiciones de enfriamiento y cristalización durante por lo menos 5 minutos, tras de lo cual se envasa y almacena la margarina a una temperatura de 12-16ºC.

17. Método según cualquiera de las reivindicaciones 15 ó 16, en el que se enfría la emulsión de margarina hasta alcanzarse temperaturas de 10-15ºC.

18. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "METODO PARA LA FABRICACION DE UNA MARGARINA".

10

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de veintisiete páginas mecanografiadas.

Madrid, 28 de diciembre 1967

BERNARDO UNGRIA

p.p.