

556090



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: UNILEVER N.V.

Residencia: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda.

Enunciado: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA EMULSION GRASA"

Prioridad: Patentes alemanas No. U 14.057 IVa/53i y No. U 14.058 IVa/53h del 13 de Julio de 1967.

- . - . -



Se refiere esta invención a emulsiones grasas y a procedimientos para su preparación.

5 Aunque desarrollos técnicos modernos, como por ejemplo el uso de trocadores térmicos tubulares de superficie rugosa, han permitido la producción de margarina de buena calidad con muchas propiedades semejantes a las de la mantequilla, permanezca en fase de investigación el logro de una mejora de la margarina en cuanto al comportamiento de su consistencia. Esta invención se refiere a la producción de emulsiones grasas, en especial margarina, 10 con un comportamiento mejorado en cuanto a consistencia.

En la fabricación de la mantequilla, se centrifuga leche de un contenido graso de aproximadamente 3,5 %, y se obtiene una fracción de nata de superior contenido graso, por ejemplo de 35 a 80 %. Esta fracción es una emulsión de aceite en agua. Se 15 agria bacteriamente, si se precisa, se enfría y se trabaja mecánicamente, por ejemplo en una máquina mantequera; este trabajo efectúa la inversión de fase, con formación de la estructura característica de la mantequilla, de emulsión agua en aceite. Utilizando nata de aproximadamente un 35 a un 50 % de contenido graso, 20 durante la inversión de fase una parte de la fase acuosa se separa como suero de mantequilla, mientras que si se emplea nata de aproximadamente un 80 % de contenido graso, no hay separación de fase acuosa.

25 La mantequilla tiene una forma microscópica que es claramente diferenciable de la margarina normal y se caracteriza por una división no uniforme de gotitas de agua, cristalización muy fina, y la presencia de los denominados "glóbulos de grasa". La presencia de glóbulos de grasa y esta clase de división acuosa van asociadas a la plasticidad y elasticidad características de la 30 mantequilla que la distinguen de la margarina normal. La etapa de



inversión de fase en la fabricación de la mantequilla juega evidentemente una parte importante en el logro de la estructura característica de la mantequilla. La reducción de la plasticidad y de la elasticidad de la mantequilla se observa cuando se ha trabajado intensamente, por ejemplo por homogeneización, y el número de glóbulos de grasa se reduce simultáneamente, aumentando la fina división de la fase acuosa.

La margarina es una emulsión de grasa comestible y, al igual que la mantequilla, una emulsión de agua en aceite. En los modernos procedimientos de fabricación de margarina, se prepara una emulsión de agua en aceite, por ejemplo, haciendo pasar las fases acuosa y aceitosa simultáneamente por máquinas emulsionadoras. Es posible asimismo preparar una emulsión de aceite en agua primeramente, y producir a partir de la misma una margarina mediante enfriamiento y trabajo mecánico, de modo que se produzca la inversión de fase como en la fabricación de mantequilla, pero en la práctica se ha comprobado que las emulsiones de aceite en agua que sean estables resultan difíciles de preparar, especialmente aquéllas de un contenido graso tan alto como el de la margarina terminada, y que se convierten en margarina por inversión de fase sin separación de fase acuosa. Para las emulsiones de esta clase, ha sido hasta hoy necesario un equipo especial de emulsión, para dividir las gotitas de grasa en la fase acuosa suficientemente. Además, tales emulsiones han presentado hasta el presente el inconveniente de una estabilidad baja en la realización de emulsiones de fase invertida, a un valor pH de nivel de acidez, por ejemplo de entre 4 y 5, y tal valor pH resulta deseable para la buena conservación de la margarina.

La presente invención se refiere a emulsiones estables de aceite en agua preparadas utilizando un emulsionador especial



12 JUL 1950

que confiere propiedades que permiten la obtención de margarinas con inversión de fase, con elasticidad y plasticidad propias de la mantequilla. El emulsionador correspondiente es un monoacilglicerofosfátido.

5 Las emulsiones de esta invención son emulsiones grasas acuosas que contienen fosfátido, un 15 % al menos del cual, en peso, es un monoacilglicerofosfátido cuyo grupo acilo se deriva de un ácido graso que posee por lo menos 8 átomos de carbono en su molécula.

10 Tales emulsiones comprenden tanto emulsiones de aceite en agua como emulsiones de agua en aceite obtenidas así, por inversión de fase. Por "grasa" se desea significar un triglicérido ácido graso, ya sea en estado líquido, ya en estado sólido, y por "aceite en agua" y "agua en aceite" se desea significar el tipo de emulsión, independientemente del estado de la grasa. De  
15 preferencia, la grasa es una grasa comestible.

La grasa utilizada puede ser una grasa vegetal, por ejemplo aceite de coco o una mezcla de aceite y margarina, o  
20 aceite de mantequilla. Puede contener una pequeña cantidad de monoglicérido de ácido graso, por ejemplo de 0,05 a 0,5 %. En la práctica, la emulsión contendrá de 3 a 85 %, y de preferencia de 60 a 85 %, de grasa en peso.

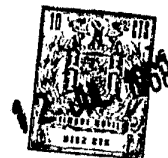
Los monoacilglicerofosfátidos carecen de uno de los grupos  $\alpha$ - ó  $\beta$ -acil de diacilglicerofosfátidos, y son ejemplos típicos de ellos la  $\alpha$ - y la  $\beta$ -lisolecitina y la  $\alpha$ - y  $\beta$ -lisocefalina.  
25 Los monoacilglicerofosfátidos pueden prepararse por síntesis o pueden obtenerse por la hidrólisis parcial química o enzimática de diacilglicerofosfátidos. Los  $\alpha$ -monoacilglicerofosfátidos pueden prepararse por la acción sobre los diacilglicerofosfátidos de  
30 la enzima-fosfolipasa A (lecitinasa A) que se prepara adecuadamen-



12

5 te libre de otras enzimas por la inactivación térmica parcial  
de la pancreatina. Para ello, puede calentarse una suspensión  
acuosa de pancreatina hasta 70 a 80°C durante 30 minutos, o hasta  
10 90°C durante 10 minutos. El fosfátido utilizado para la hidró-  
lisis puede ser un fosfátido-mucilago obtenido en la producción  
de aceites vegetales, por ejemplo aceite de soja o aceite de col-  
za, y en el tratamiento por vapor o agua de los aceites extraídos  
a 95 a 100°C, o el fosfátido crudo obtenido por la centrifugación  
15 de dicho mucilago fosfátido y mediante la desecación del produc-  
to bajo una presión reducida: un fosfátido crudo típico así obte-  
nido contiene aproximadamente un 65 % de diacilglicerofosfátidos y  
un 35 % de aceite. Pueden utilizarse fracciones insolubles en al-  
cohol y fracciones solubles en alcohol, de estos fosfátidos crudos,  
en especial solubles en alcohol, con una proporción en peso de  
20 fosfatidilcolina (lecitina) respecto a fosfatidiletanolamina (ce-  
falina) de por lo menos 4 a 1, como se describen en la patente  
británica 1.113.241. También pueden emplearse fosfátidos de yema  
de huevo y diacilglicerofosfátidos específicos, por ejemplo cefa-  
lina y lecitina.

20 En la preparación de un  $\alpha$ -monoacilglicerofosfátido  
por hidrólisis enzimica de tal fosfátido, este último se disuelve  
o suspende en agua, o bien en un disolvente contentivo de sufi-  
ciente agua, con 0,1 a 25 % de pancreatina tratada térmicamente,  
en peso del fosfátido, dejándose desarrollar una hidrólisis a  
25 temperatura ambiente hasta formarse una concentración suficiente  
del compuesto monoacilo. De preferencia, el agua contendrá iones  
de calcio y resulta apropiada agua corriente de grifo, de un 5 a  
un 30 de dureza. El ácido graso producido y la grasa de contami-  
nación pueden separarse a continuación por desecación del pro-  
30 ducto, por ejemplo mediante evaporación bajo presión reducida, y



5 extraerse con acetona. De esta manera, se puede obtener un fosfátido contentivo del 15 al 70 % de monoacilglicerofosfátido, según el grado de hidrólisis efectuada. La cantidad de monoacilglicerofosfátido del producto de hidrólisis puede determinarse por métodos analíticos ordinarios, por ejemplo cromatografía de capa delgada.

10 En la práctica, el grupo ácido graso-acilo del monoacilglicerofosfátido tiene por lo menos 10 átomos de carbono, y el monoacilglicerofosfátido producido a partir de un fosfátido natural tendrá generalmente su grupo monoacilo derivado de ácidos grasos mezclados, en especial los de 16 y 18 átomos de carbono. De preferencia, por lo menos un 20 % y, especialmente, por lo menos un 25 % del fosfátido utilizado es monoacilglicerofosfátido. También de preferencia, el monoacilglicerofosfátido comprende liso-  
15 lecitina y lisocefalina, siendo la proporción de la lisolectina respecto a la lisocefalina de por lo menos 4 a 1, en peso.

20 En la preparación de las emulsiones grasas, se utiliza una cantidad suficiente del monoacilglicerofosfátido para obtener la estabilidad requerida: la cantidad empleada es, generalmente, de 0,1 a 15 % en peso de la grasa, y normalmente, en la preparación de emulsiones de margarina, resulta apropiado de un 0,1 a un 2 %.

25 De preferencia, la emulsión contiene también una proteína soluble en agua, ya que ello ayuda a su estabilización, particularmente cuando la emulsión contiene más de un 40 % en peso de grasa, y, de preferencia, por lo menos 0,1 %, en especial más de 0,25 %, de tal proteína, en peso de la grasa, se hallará presente. La proteína de leche, como por ejemplo la caseína, el suero o la leche desnatada, o una proteína de soja apropiada, pueden ser  
30 utilizados.



En un procedimiento de la invención, se prepara una emulsión de grasa emulsionando grasa líquida con una dispersión acuosa del fosfátido contentivo de monoacilglicerofosfátido, para producir una emulsión de aceite en agua. Puede hacerse la dispersión acuosa mezclando el fosfátido contentivo de monoacilglicerofosfátido con el resto de la fase acuosa, por ejemplo leche desnatada, y calentando si es necesario: a continuación, puede agitarse la grasa en la dispersión acuosa a una temperatura a la cual queda la grasa líquida. Es preciso cuidar de regular la adición de la grasa, de modo que se evite un exceso local, para asegurar la producción de una emulsión de aceite en agua: esto resulta particularmente importante cuando el contenido graso de la emulsión es superior al 70 %.

Como las propiedades emulsionantes de los monoacilglicerofosfátidos no son afectadas por los iones metálicos de tierra alcalina, es posible utilizar agua dura o soluciones proteínicas contentivas de calcio sin adición de sales o ácidos formadores de complejo. Por otra parte, la fase acuosa puede contener hasta un 5 % de sal.

El valor pH de la fase acuosa puede ser de 2 a 7, ya que se ha observado que los monoacilglicerofosfátidos tienen una acción estabilizadora sobre las proteínas, de modo que no se precipitan en el punto isoelectrico. Esto presta una especial ventaja en cuanto a que la fase acuosa puede hacerse ácida en presencia de la proteína antes de la emulsión de la fase grasa, si así se desea, en lugar de hacer ácida la emulsión final. En lo que respecta a la margarina, resulta preferible un pH ácido, sobre bases bacteriológicas. La fase acuosa o la emulsión formada pueden hacerse ácidas hasta el pH requerido con ácido láctico, cítrico u otro ácido adecuado, o mediante acción de bacterias, por ejem-



plo con adición de 0,5 a 1 % de cultivo de ácido láctico cuando se halla presente el sustrato bacteriano apropiado. De preferencia, el valor pH de la emulsión será de 4 a 5.

5 Las emulsiones aceite en agua obtenidas pueden homogeneizarse, si así se requiere, a una elevada temperatura, por ejemplo a 40 a 70°C, y pueden pasteurizarse o esterilizarse.

10 Las emulsiones lechosas de un contenido graso de 3 a 15 % así preparadas pueden concentrarse por centrifugación hasta contenidos grasos superiores, por ejemplo hasta un contenido graso de aproximadamente un 35 a un 85 % para su posterior tratamiento hasta llegar a la margarina. La fase acuosa separada puede utilizarse nuevamente para la preparación de una nueva emulsión.

15 Las emulsiones grasas de aceite en agua, de un contenido graso del 35 al 85 % pueden convertirse en emulsiones de agua en aceite con una estructura similar a la de la mantequilla enfriándolas y trabajándolas para lograr la inversión de fase.

20 Puede enfriarse una emulsión aceite en agua de un contenido graso del 35 al 60 %, hasta aproximadamente 5 a 15°C para cristalizar por lo menos parte de la grasa, y trabajarse después por agitación o amasado, para efectuar la inversión de fase. Los cambios estructurales observados durante el trabajo corresponden al proceso de "mantequillado" utilizando nata de media grasa. Se completa el proceso de inversión en algunos minutos cuando se separa parte de la fase acuosa, lo que corresponde a la separación del suero de mantequilla, en la fabricación de la mantequilla.

25 El contenido acuoso del producto es de entre aproximadamente 12 y 18 % y éste puede ajustarse además, si se precisa, mediante amasado, si es necesario añadiendo agua o leche agriada; este posterior tratamiento puede reducir asimismo la proporción de "agua libre",

30 y ello aumentará la estabilidad del producto.



Las emulsiones de aceite en agua contentivas de proteínas, de un contenido graso particularmente elevado, por ejemplo un 80 %, pueden también convertirse directamente por inversión de fase, en margarina. La preparación directa de tales emulsiones  
5 aceite en agua de alto contenido de proteína grasa, ha sido hasta ahora muy difícil, debido al riesgo de una súbita destrucción de la estructura de las emulsiones aceite en agua no cristalizadas. Surge esta dificultad porque cuando el contenido graso de la emulsión se eleva de un 70 a un 80 %, aproximadamente un 40 % de la  
10 grasa total contenida en el 80 % de emulsión ha de introducirse en el 70 % de emulsión, con lo que la viscosidad de la emulsión a este alto contenido de grasa aumenta con rapidez desproporcionada.

Los monoacilglicerofosfátidos utilizados como emulsio-  
15 nantes en las emulsiones de este invento permiten la preparación de estas emulsiones de tan alto contenido graso. Un contenido superior de proteínas del que se logra mediante el uso de leche desnatada puede conseguirse utilizando leche en polvo.

Las emulsiones aceite en agua, de alto contenido graso,  
20 se enfrían, por ejemplo a 8 - 10°C y se cristalizan parcialmente antes de la inversión de fase. Mediante la adopción de un procedimiento adecuado, por ejemplo un rápido enfriamiento sin fuerte trabajo mecánico, como en un tambor de enfriamiento, o mediante un lento enfriamiento sin perturbación, puede impedirse el inconveniente de una inversión de fase prematura. A continuación, puede  
25 invertirse de fase la emulsión enfriada, de preferencia agitándola o amasándola. La margarina obtenida por medio de este proceso de inversión presenta las deseadas características de consistencia de una mantequilla preparada de manera similar: posee una plasticidad y elasticidad altas, ofrece un sabor fresco y agradable y pre-  
30



senta "glóbulos de grasa" de forma microscópica típica de los de la mantequilla.

Puede también producirse una margarina que ofrezca una consistencia similar a la de la mantequilla por medio de una inversión parcial de fase. Así, 4 partes de una emulsión aceite en agua al 74 %, enfriada, puede mezclarse con una parte de la composición grasa no cristalizada igualmente enfriada, de modo que se produzca al mismo tiempo la inversión de fase de la emulsión aceite en agua.

Las temperaturas de enfriamiento en el proceso de inversión de fase pueden ser de 5 a 15°C, y, en todo caso serán por lo menos de 5°C por debajo del punto de fusión de la fase grasa.

Ilustraremos la invención mediante los siguientes Ejemplos, en los que todas las temperaturas se dan en °C.

#### EJEMPLO 1

Un fosfátido de soja cruda (100 g) contentivo de un 65 % de diacilglicerofosfátido y 35 % de aceite se suspendió en agua corriente de grifo (200 cc) de una dureza de 17°, y se añadió a esta suspensión pancreatina (1 g) que se había calentado previamente a 75° durante 30 minutos: se agitó la mezcla durante 5 horas y media a 22° y se desecó después por evaporación a 40° bajo una presión reducida. El fosfátido parcialmente hidrolizado resultante era dispersable en agua y presentaba un valor de acidez de 41; se separaron a continuación la grasa y el ácido graso libre mediante extracción con acetona, y el análisis mostró que el producto tenía un contenido de 15 % de  $\alpha$ -monoacilglicerofosfátidos en peso.

A una mezcla de agua de grifo (100 g) y leche desnatada (100 g) se le añadió el fosfátido parcialmente hidrolizado (2 g, contentivos de aproximadamente 0,3 g de monoacilglicerofosfátido)



12

5. y tras haber sido dispersado, se añadió aceite de cacahuete (200 g), emulsionándose la mezcla a 60°. La emulsión aceite en agua al 50 % obtenida se dejó reposar a 60° durante 20 horas, tras de lo cual sólo se había separado un 2 % de la fase acuosa, y la viscosidad de la emulsión a una velocidad de cizallamiento  $D = 10 \text{ seg.}^{-1}$ , medida utilizando un viscosímetro de rotación Ferranti, fue de 38 cP.

#### EJEMPLO 2

10 Una fracción de fosfátido obtenida mediante extracción de fosfátido de soja crudo con alcohol contenía una proporción de lecitina respecto a cefalina, en peso, de 4 a 1. Una solución al 35 %, de la misma, en peso, en aceite refinado de soja, se dispersó en dos veces su peso de agua corriente, y se añadió a la suspensión un 2 % de la pancreatina tratada térmicamente, del  
15 Ejemplo 1, en peso de la fracción de fosfátido, manteniéndose la mezcla a 22° durante 6 horas y desecándose después por evaporación bajo presión reducida a 40°. Se añadió el producto desecado a diez veces su volumen de acetona, agitándose a 0°, se filtró la mezcla y se extrajo el disolvente del residuo, por debajo de los  
20 50°, bajo presión reducida. Se obtuvo así un fosfátido parcialmente hidrolizado, exento de grasa y de ácido graso, con un contenido de  $\alpha$ -monoacilglicerofosfátido de un 35 % en peso.

25 Se preparó una emulsión de aceite en agua al 50 % como en el Ejemplo 1, utilizando 0,25 % en peso del fosfátido parcialmente hidrolizado (0,17 % de monoacilglicerofosfátido en peso de la grasa) y se dejó reposar a 60° durante 20 horas, tras de lo cual mostró una separación acuosa de sólo 1 % y una viscosidad de 10 cP.

#### EJEMPLO 3

30 Se dispersó un fosfátido crudo de soja (100 g) en dos



12

veces su peso de agua, se añadió la pancreatina tratada térmicamente del Ejemplo 1 (25 g) y se extrajo dos veces la mezcla con éter (1 litro). Se dejó reposar el extracto de éter saturado con agua, a 22°, durante 3 horas y media y se destiló después el éter, desecándose el residuo de fosfátido bajo presión reducida, a 40°. El fosfátido hidrolizado parcialmente, dispersable en agua, así obtenido, era de un color más claro que el fosfátido crudo inicial, y, tras la separación de grasa y ácido graso libre mediante extracción de acetona, se comprobó que contenía un 20 % en peso de monoacilglicerofosfátidos.

Se preparó una emulsión de aceite en agua al 50 % como en el Ejemplo 1 utilizando un 2 % del fosfátido parcialmente hidrolizado -proporción en peso- (0,8 % de monoacilglicerofosfátido, en peso de la grasa): después de dejar reposar durante 20 horas a 60°, no se había producido separación acuosa, y la emulsión presentaba entonces una viscosidad de 10 cP.

EJEMPLO 4

Se tomó la fracción de fosfátido de soja soluble en alcohol, del Ejemplo 2 y se hidrolizó empleando las condiciones del Ejemplo 3, con la excepción de que el tiempo de reacción fue de 8 horas. El producto de monoacilglicerofosfátido insoluble en éter precipitó junto con los fosfátidos no cambiados, mientras que los ácidos grasos formados por la reacción permanecían disueltos. La solución de éter sobrenadante fue decantada y se desecó el residuo bajo presión reducida a 40° para dar un fosfátido parcialmente hidrolizado, soluble en agua, contentivo de un 45 % en peso de monoacilglicerofosfátidos.

Se preparó una emulsión aceite en agua, al 50 %, como en el Ejemplo 1, utilizando 0,25 % en peso del fosfátido parcialmente hidrolizado (0,2 % de monoacilglicerofosfátido en peso de



la grasa) y se dejó reposar a 60° durante 20 horas, tras de lo cual no mostró separación de agua y dio una viscosidad de 15 cP.

#### EJEMPLO 5

5 A una leche desnatada agriada (100 g) se le añadió el fosfátido parcialmente hidrolizado del Ejemplo 4 (2,5 g) y tras haber sido dispersado, se le añadió aceite de cacahuete (400 g), emulsionándose la mezcla a 60°. La emulsión de aceite en agua al 80 % obtenida (contentiva de 0,28.% de monoacilglicerofos-  
10 fátido en peso de la grasa) era vertible, y después de 20 horas a 60° no mostró separación de agua ni de aceite y dio una viscosidad de 39 cP; permaneció estable después de ulterior acidificación con ácido cítrico hasta un valor pH de 4,0.

#### EJEMPLO 6

15 Un fosfátido de soja desgrasado, parcialmente hidrolizado (6 partes en peso) contentivo de un 25 % de lisolecitina y un 20 % de lisocefalina en peso, que se había preparado a partir de un fosfátido crudo de soja por hidrólisis enzimática con fosfolipasa A, se dispersó en una mezcla de leche descremada (200  
20 partes) y agua (200 partes), se calentó la dispersión a 65° y se añadió una mezcla de grasas de margarina (600 partes) a 70°, al tiempo que se agitaba vigorosamente el resultado utilizando un agitador de turbina. La emulsión resultante de aceite en agua al 60 % se homogeneizó a 70° y mostró después una dimensión uniforme  
25 de gotitas de grasa con un diámetro de gotita medio de 3  $\mu$ . Se añadió una solución acuosa de ácido láctico al 90 % hasta que el pH de la emulsión fue de 4,5, y se enfrió entonces la emulsión acidificada a 8°. La emulsión aceite en agua parcialmente cristalizada así obtenida fue después invertida de fase a 8 - 12° por  
30 agitación en una mezcladora Hobart durante 8 minutos. La fase



acuosa que se separó (265 partes) se extrajo, dejando una margarina de fase invertida (720 partes). Se amasó el producto durante breve tiempo para dar una margarina contentiva de un 82 % de grasa que era similar a la mantequilla en plasticidad, elasticidad, impresión de sabor y forma vista al microscopio.

EJEMPLO 7

Una fracción de fosfátido de soja desgrasado, parcialmente hidrolizado (8 partes en peso), contentiva de 33 % de lisolecitina y 8 % de lisocefalina en peso, que había sido obtenida por hidrólisis enzimática de una fracción de fosfátido de soja soluble en alcohol, que poseía una proporción relativa de lecitina respecto a cefalina de 4,9 a 1, se dispersó a 75° en leche descremada (200 partes), que se había puesto previamente en un valor pH de 4,5, mediante adición de ácido láctico acuoso al 90 %. Se añadió una mezcla de grasa de margarina (500 partes) a 80°, mientras se agitaba la mezcla vigorosamente, a lo que siguió otra cantidad (300 partes) a 80°, con agitación moderada. La emulsión aceite en agua al 80 % resultante, que presentaba una consistencia semejante a la de la mayonesa, se enfrió con una agitación moderada hasta aproximadamente 8°, para efectuar la cristalización parcial de la grasa y se amasó después para dar una margarina de fase invertida.

EJEMPLO 8

La fracción de fosfátido de soja desgrasado, parcialmente hidrolizado (8 partes en peso) del Ejemplo 7, se dispersó en una mezcla a 70° de leche agria (100 partes), leche descremada fresca (100 partes) y suero en polvo (3 partes) con un pH de 4,8. Se añadió aceite de mantequilla exento de fosfátido (500 partes) a 70°, a la mezcla, con vigorosa agitación, a lo que siguió una nueva cantidad (300 partes) a 70° con agitación moderada.



La emulsión homogénea resultante, aceite en agua, al 80 %, presentaba una consistencia semejante a la de la mayonesa. Se enfrió lentamente sin trabajarla, hasta aproximadamente 9°, para efectuar la cristalización parcial de la grasa y se trabajó después, para dar un producto de plasticidad y elasticidad semejantes a las de la mantequilla, que se dejó reposar durante varias semanas. A la temperatura de frigorífico (5°) el producto resultó tan fácil de extender como la mantequilla normal a una temperatura de 15 a 20°.

#### EJEMPLO 9

Se tomó un fosfátido de aceite de colza crudo, desgrasado por extracción de acetona (100 g) que poseía un contenido de lecitina (fosfatidilcolina) de 23,4 % en peso y un contenido de cefalina (fosfatidiletanolamina) de 16,2 % (según determinado por cromatografía de capa delgada utilizando el método de Wagner, Fette, Seifen, Anstrichmittel, 1961, 63, 1119) y se dispersó en dos veces su peso de agua corriente. Se añadió a la mezcla pancreatina en polvo (2 g) que se había calentado previamente a 78° durante 30 minutos, se mantuvo la mezcla a 50° durante 6 horas, y se desecó después por evaporación bajo presión reducida a 50°C. El análisis mostró que aproximadamente un 65 % de la lecitina se había convertido en lisolecitina y que aproximadamente un 75 % de la cefalina se había convertido en lisocefalina. Tras separar el ácido graso libre por extracción con acetona, el producto contenía un 12 % de lisolecitina y un 8 % de lisocefalina en peso. Se utilizó el fosfátido de aceite de colza parcialmente hidrolizado para preparar una emulsión aceite en agua según descrita en el Ejemplo 1.

#### EJEMPLO 10

Se añadió gradualmente aceite de girasol (300 g) a 70° a una dispersión acuosa (100 g) a 70°, contentiva de una frac-



12

5

ción soluble de proteína de soja (2,5 g) y la fracción de fosfátido de soja desgrasado parcialmente hidrolizado (1,5 g) del Ejemplo 7, con agitación vigorosa: la emulsión finamente dividida, y vertible, de aceite en agua, al 75 % (contentiva de 0,2 % de monoacilglicerofosfátido en peso de grasa) que se obtuvo, era estable a temperaturas de 0 y 70° y podía diluirse con agua.

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

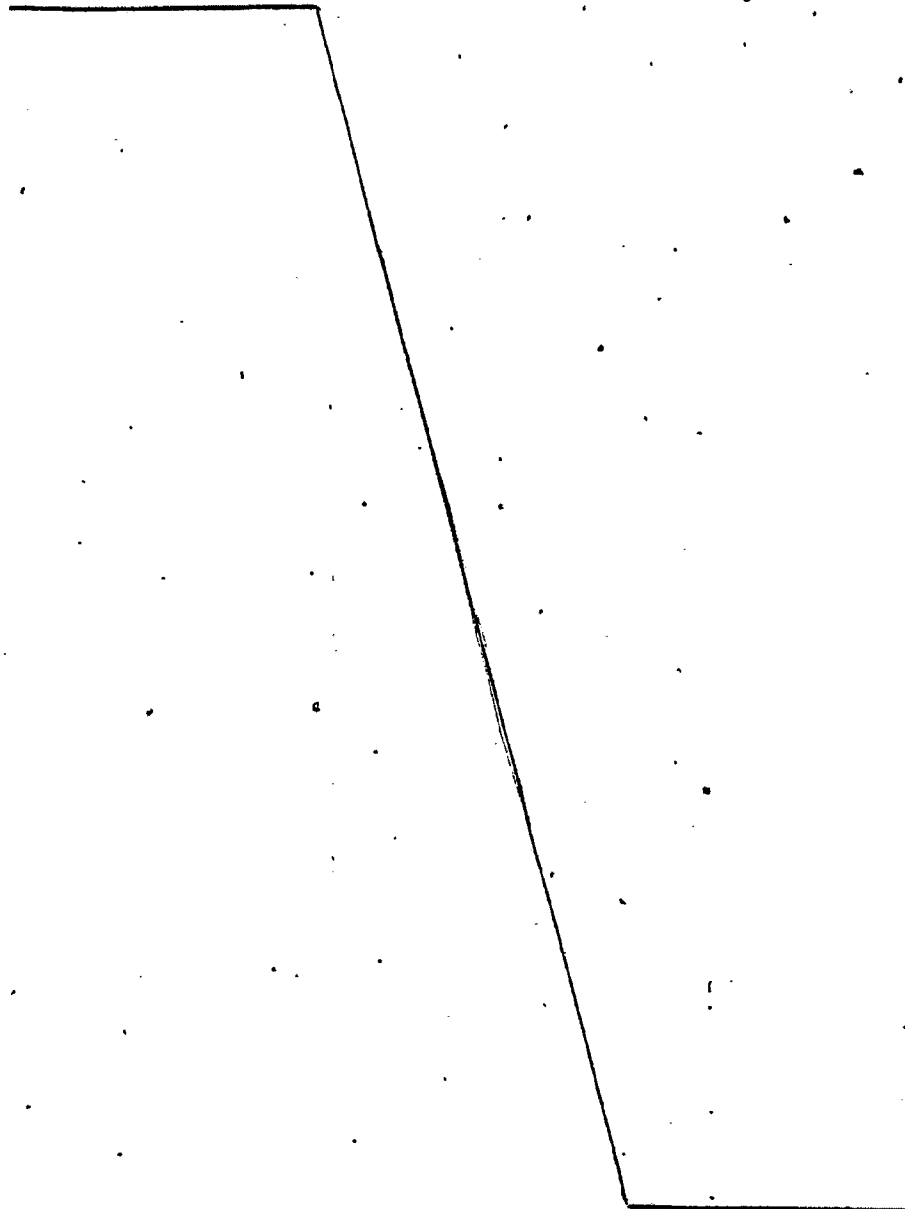
10

15

20

25

30





REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una emulsión grasa en el que se utiliza un emulsionador fosfátido, en el cual se emulsiona grasa líquida con agua en presencia de un emulsionador fosfátido, un 15 % al menos del cual, en peso, es un monoacilglicerofosfátido cuyo grupo acilo deriva de un ácido graso que posee por lo menos 8 átomos de carbono, y se forma una emulsión de aceite en agua.

5

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que por lo menos un 25 % del fosfátido es el monoacilglicerofosfátido.

10

3. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el grupo acilo del monoacilglicerofosfátido tiene por lo menos 10 átomos de carbono.

15

4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el monoacilglicerofosfátido es un *d*-monoacilglicerofosfátido.

5. Un procedimiento según la reivindicación 4, en el que el monoacilglicerofosfátido comprende lisolecitina.

20

6. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que el monoacilglicerofosfátido comprende lisolecitina y lisocefalina, siendo la proporción de lisolecitina respecto a la lisocefalina de por lo menos 4 a 1 en peso.

7. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que el monoacilglicerofosfátido se ha obtenido por la acción de fosfolipasa A en un diacilglicerofosfátido.

25

8. Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que la fosfolipasa A utilizada se obtuvo por inactivación térmica parcial de pancreatina.

30



12

9. Un procedimiento según las reivindicaciones 7 u 8, en el que el diacilglicerofosfátido utilizado fue un fosfátido de haba de soja.

5

10. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la grasa comprende grasa vegetal.

11. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en el que la grasa comprende aceite de mantequilla.

10

12. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la cantidad de grasa utilizada es del 3 al 85 % en peso de la emulsión.

13. Un procedimiento según la reivindicación 12, en el que la cantidad de grasa utilizada es del 60 al 85 % en peso de la emulsión.

15

14. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la cantidad de monoacilglicerofosfátido utilizada es del 0,1 al 15 % en peso de la grasa.

20

15. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que existe asimismo proteína soluble en agua, incorporada en la emulsión.

16. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que se añade ácido para dar un valor pH de 4 a 5.

25

17. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que se prepara una emulsión de un 35 a un 85 % de contenido graso, la cual se enfría a continuación hasta por lo menos 5°C por debajo del punto de fusión de la fase grasa.

30

18. Un procedimiento según la reivindicación 17, en el que la emulsión aceite en agua enfriada se trabaja para oca-



sionar la inversion de fase y producir una emulsion de agua en  
aceite.

19. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PRO-  
5 CEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA EMULSION GRASA".

Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado  
en la presente Memoria descriptiva que consta de diecinueve -  
páginas mecanografiadas.

Madrid, 12 de Julio de 1.968

BERNARDO UNGRIA  
P.P.

10

15

20

25

30