

Int. Cl. A23D 3/02, 3/04

18



380327

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I.P.C.

CLASE A23

SUBCLASE L

No. 380-327

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION

DE UN PRODUCTO GRASO COMESTIBLE".

Prioridad: Patente luxemburguesa n.º 58.794 del 3-6-69

MJ/S

-1-

POOR
QUALITY

380327

18



1

El invento se refiere a la preservación de productos alimenticios conteniendo agua.

5

El problema de cómo ampliar el número de preservativos existentes para los productos alimenticios ha preocupado a muchas firmas e individuos durante años. Este problema es especialmente significativo debido a que en los últimos años la industria alimentaria ha puesto a punto productos para su amplia distribución de forma que se requieren duraciones en almacenamiento relativamente largas. Se han propuesto muchos compuestos y sistemas. Por ejemplo, los derivados de furano han sido propuestos en la patente alemana 1.172.938, inglesa 1.077.690 y estadounidense 3.080.279. Pero en general se ha admitido, véase por ejemplo Mossel, *Alimenta*, 8, 8 (1969), que no se ha encontrado ningún preservativo nuevo que complemente, prolongue o mejore con éxito la acción de los preservativos tradicionales, los ácidos benzoico y sórbico.

10

15

20

Parte del problema reside en el hecho de que en la industria alimentaria un preservativo tiene que ser algo más que un bacteriostato y un fungistato: tiene que ser aceptable para el consumidor desde el punto de vista del sabor y del color, toxicológicamente aceptable y disponible en una forma conveniente y a bajo precio de coste.

25

30

Ahora se ha encontrado que el 5-hidroximetil-2-furfural cumple estos requisitos. Otra ventaja del 5-hidroximetil-2-furfural reside en que es sorprendentemente activo contra las bacterias anaerobias y Gram-negativas. Asimismo, su actividad solamente es interferida hasta un grado sorprendentemente bajo, en contraste con otros preservativos, por las proteínas.

- 3 -
380327



1 Por lo tanto, el invento proporciona un producto alimenticio que contiene, sobre el peso del agua presente, por lo menos 0,2 % de 5-hidroximetil-2-furfural.

5 La aplicación del invento a los productos alimenticios que comprenden grasa y agua emulsionadas entre sí es especialmente ventajosa. Las duraciones en almacenamiento relativamente largas habituales en estos productos y sus complejas estructuras físico-químicas han hecho importante y difícil encontrar preservativos adecuados. Esto es especialmente cierto cuando, debido a la presencia de componentes sensibles o de características sensibles de emulsión, el pH tiene que ser superior a 5, especialmente superior a 5,5. El pH debe mantenerse preferiblemente por debajo de 7. Un producto de este tipo solo puede ser adecuadamente preservado con los ácidos benzoico y sórbico tradicionales y el uso de sal en exceso es con frecuencia poco satisfactorio desde el punto de vista del sabor y de la estabilidad. Son productos típicos de esta clase algunas margarinas y untos alimenticios grasos, sólidos y líquidos, similares.

10

15

20

25 El invento es especialmente aplicable a los productos alimenticios que comprenden grasa y agua, en los que la grasa, con o sin algo de agua, está emulsionada en una fase acuosa continua. Recientemente se han descrito margarinas o productos similares de este tipo en la patente belga 724.864 (Unilever N.V.) correspondiente a la solicitud de patente española 361.024.

30 Por comparación con las emulsiones grasas, cuyos constituyentes acuosos forman la parte dispersa como en la margarina ordinaria, un producto de este tipo es más sus-

380327 118



1
5
10
15
20
25
30

ceptible a la degradación por los microorganismos debido a que estos últimos pueden invadir libremente la fase acuosa sin tener que atravesar barreras de grasa como las que se producen en las emulsiones de agua en aceite. En consecuencia, en la solicitud de patente anterior se propugna un número de medidas destinadas a impedir la contaminación de las emulsiones por los microorganismos. En primer lugar, se establece que el pH de la fase acuosa debe mantenerse preferiblemente por debajo de 7 mediante la adición de ácidos orgánicos adecuados o de bacterias formadoras de ácido láctico. Además, el producto o las materias primas utilizadas en su producción deben ser sometidas preferiblemente a esterilización o pasteurización, agregándose también en el último caso un preservativo, por ejemplo 10 % de sal común o aproximadamente 0,6 % de un preservativo como ácido sórbico o una de sus sales (los porcentajes dados están calculados sobre el peso de la fase acuosa).

Sin embargo, las medidas propuestas presentan cierto número de inconvenientes. En primer lugar, por razones de sabor, se ha tratado durante la producción actual de margarina de evitar el recurrir a valores bajos de pH y/o a concentraciones relativamente grandes de sal en la fase acuosa. Además, en ciertos países no está permitida la adición de preservativos como ácido sórbico, ácido benzoico y compuestos similares. Asimismo, muchos de estos preservativos tienen el inconveniente de que su solubilidad en aceite es casi tan buena como en agua, si no mejor. Si de hecho el efecto preservativo puede ser atribuido únicamente a la fracción de estos preservativos disuelta en la fa-



18 JUN

380327

1 se acuosa, deben utilizarse cantidades relativamente gran
des para obtener la concentración requerida en la fase
acuosa, que pueden ser indeseables no solamente desde el
aspecto sanitario sino también debido a los efectos per-
5 judiciales sobre el sabor del producto. Además, existe la
oportunidad de que la estabilidad de las emulsiones con-
centradas puede ser afectada adversamente, lo que aumenta
la probabilidad de inversión de fases, que se manifiesta
en la pérdida de las propiedades favorables. Finalmente,
10 el inconveniente en el caso de la esterilización, y en un
grado algo menor en el de la pasteurización, cuando se rea-
lizan en un medio con un pH inferior a 5,5 por ejemplo, es
que existe el riesgo de coagulación de las proteínas pre-
sentes en la fase acuosa. Para resumir, durante la produc-
15 ción de estos productos alimenticios no existe una comple-
ta libertad de elección de las propiedades organolépticas
deseadas ya que éstas están ya determinadas en parte por
el método de preservación empleado.

20 Como se ha explicado, ahora se ha descubierto que
es posible preservar los productos alimenticios para un-
tar, similares a la margarina como ya se ha descrito, y
mitigar los inconvenientes implicados mediante un procedi-
miento en el que se incorpora de 0,2 a 0,5 % en peso, pre-
feriblemente de 0,35 a 0,45 % (calculado sobre el peso de
25 la fase acuosa) de 5-hidroximetil-2-furfural a la emulsión
que se desea preservar. Si se desea, también se puede in-
corporar a la fase acuosa hasta el 10 % en peso de sal co-
mún, en cuyo caso se puede reducir el porcentaje de 5-hi-
droximetil-2-furfural.

30 El 5-hidroximetil-2-furfural se forma muy fácilmen-

380327 18



1
5
10
15
20
25
30

te a partir de los azúcares y especialmente a partir de las cetohechosas. El 5-hidroximetil-2-furfural puede utilizarse convenientemente en forma impura, tal como es preparado, o en forma parcialmente purificada. La preparación del compuesto está descrita, por ejemplo, en la patente inglesa 600.871, patentes estadounidenses 2.498.918, 2.750.394 y 2.929.823 y por Pigman "The Carbohydrates", 1957, págs. 57-58. La producción a partir de azúcares es favorecida calentando en una solución acuosa, preferiblemente a un valor bajo del pH, pero también tiene lugar en condiciones más moderadas, por ejemplo durante el procesamiento y/o preservación de los productos azucarados. Esta es la razón de que el 5-hidroximetil-2-furfural se encuentre presente en pequeñas cantidades en muchos productos naturales como la miel, jugos de frutas, jarabes de frutas, etc. Muchos productos de esta clase han sido utilizados durante un largo tiempo como alimentos para consumo humano y animal sin ningún efecto perjudicial. La existencia de 5-hidroximetil-2-furfural en los productos naturales es conocida desde hace algún tiempo pero no ha conducido a su empleo como preservativo en los alimentos.

El 5-hidroximetil-2-furfural tiene propiedades de solubilidad que lo hacen muy adecuado para uso en los sistemas que contienen aceite y agua. A diferencia de la mayoría de los restantes preservativos, en estos sistemas tiene, de hecho, un coeficiente de reparto que es prácticamente igual a cero. Por ejemplo, se ha determinado este coeficiente para el sistema aceite de oliva/agua sacudiendo una solución acuosa al 0,1 %, a la temperatura ambiente, con un volumen igual de aceite de oliva hasta establecimiento



1 del equilibrio, es decir hasta que no se observa ninguna dis-
minución de la concentración de 5-hidroximetil-2-furfural
(determinada por absorción en la región ultravioleta midien-
do la intensidad de las bandas de absorción de 280 milimi-
5 cras). De esta forma se ha encontrado que este coeficiente
de reparto es 0,05 o menor, es decir, como máximo se disuel-
ve en el aceite un 5 % del 5-hidroximetil-2-furfural inicial-
mente presente en el agua.

10 El unto alimenticio plástico al que es especialmente
aplicable el invento está descrito con detalle, junto con sus
ventajas, en la solicitud de patente belga 724.864 antes ci-
tada, pero mas adelante se incluye un esquema de la descripción.

15 El unto alimenticio plástico comprende una emulsión
enfriada, esencialmente no trabajada, constituida por 70-
90 % en peso de grasa, con unos índices de dilatación a
25°C comprendidos entre 100 y 400 mm³/25 g, que está disper-
sada junto con una proporción de un componente acuoso del
unto en una fase continua constituida por el resto del com-
ponente acuoso. El unto alimenticio se prepara a partir de
20 una emulsión de grasa dispersada en un componente acuoso y to-
davía contiene parte del componente acuoso como fase conti-
nua. Aunque el unto alimenticio muy probablemente tiene una
estructura física distinta a la de la mantequilla, presen-
ta características de elasticidad y plasticidad semejantes
25 a las de la mantequilla, incluso después de un almacenamien-
to prolongado a la temperatura ambiente.

30 La estructura única presentada por este producto se
obtiene sin trabajarlo, mediante un sistema emulsionante que
proporciona una emulsión que parcialmente es desestabiliza-
da al enfriar para cristalizar la grasa. Es esencial evitar

380327 18



1 cualquier trabajo sustancial sobre la emulsión que contiene un sistema emulsionante con estas propiedades, ya que de otra forma se produce la inversión de fases y se pierden las propiedades similares a la mantequilla que caracterizan al producto.

5 En la memoria de la patente belga se describe también un método para la manufactura del unto alimenticio plástico, en el que se prepara una emulsión que contiene el sistema emulsi-
10 onante dispersando la grasa fundida en una fase acuosa y enfriando la emulsión en reposo hasta una temperatura a la cual cristaliza por lo menos el 10% de la grasa y se obtiene un gra-
do de desestabilización del 0,15-0,75, como se define más adelan-
te. Aunque el unto todavía contiene una fase acuosa continua, parte del componente acuoso está probablemente encerrado en aglomerados de cristales de grasa en la fase dispersa.

15 El grado de desestabilización puede ser calculado a partir de los valores relativos de la conductividad eléctrica antes y después de la desestabilización, ya que la parte de componente acuoso que se encuentra en la fase dispersa no está disponible para conducir la electricidad.

20 En la memoria de la patente belga 724.864 se encuentra una definición del grado de estabilización y los métodos de medida de la conductividad. Se define el grado de estabi-
lización como $\frac{RC \text{ antes} - RC \text{ después}}{RC \text{ antes}}$ donde RC antes es la con-
ductividad relativa antes de la desestabilización y RC des-
25 pués es la conductividad relativa después de la desestabili-
dad y la conductividad relativa es el valor de conductividades específicas de la emulsión y de su fase acuosa a la misma temperatura. El grado de desestabilización no debe ser tan bajo que durante el enfriamiento se transfiera de la emulsión
30 a la fase dispersa una cantidad despreciable del componente



1 acuoso, ni, por otra parte, debe ser tan alto que tenga lugar
la inversión de fases, es decir, agregación de las partículas
grasas en la fase dispersa para formar una fase grasa continua.

5 El sistema emulsionante debe ser capaz, por lo tanto,
de realizar dos funciones:

1. Estabilizar la emulsión grasa, especialmente durante la
preparación y tratamientos posteriores, v.g. homogeneiza-
ción así como cualquier tratamiento térmico para destruir
los microorganismos;

10 2. Mantener el unto alimenticio en el estado desestabiliza-
do, producido por enfriamiento.

15 Estas dos funciones pueden ser combinadas en un solo
emulgente, pero más corrientemente el sistema emulsionante
comprende uno o más emulgentes para cada una de las funciones
anteriores. El sistema emulsionante es capaz de mantener un
grado de desestabilización de 0,15-0,75 durante un periodo
prolongado, es decir cuatro semanas o más en el unto no tra-
bajado, mantenido a una temperatura de 15 a 25°C, y preferi-
blemente de 0,3-0,6 y todavía mejor alrededor de 0,5.

20 En la patente belga 724.864 se describe un ensayo de bati-
do para demostrar la acción de los emulgentes desestabilizantes.

25 De preferencia, el sistema emulsionante contiene
por lo menos un derivado de un ácido o alcohol grasos con-
teniendo de 10 a 24 átomos de carbono en el grupo alquilo,
más preferiblemente un ácido o alcohol graso saturado de
16 a 24 átomos de carbono, ya que estos emulgentes pueden
realizar adecuadamente la función de estabilizar la emul-
sión durante la preparación y mantener el unto en un esta-
do desestabilizado. Para este último fin, por lo menos el
30 sistema emulsionante comprende preferiblemente un emulgente



380327

1 no iónico con un factor HLB de 12,0-18,0 o 3,5-7,0.

5 Los emulgentes desestabilizantes adecuados son los monoésteres de glicerol o sorbitano o un derivado polioxi-
etilénico de los mismos o monoésteres polioxietilénicos,
v.g. monoestearato de glicerol, monopalmitato de sorbita-
no, monoestearato de sorbitano, monoestearato de polioxi-
etilensorbitano o monoestearato de polioxietileno.

10 Los emulgentes desestabilizantes preferidos, del tipo de emulgentes con factores HLB de 3,5 a 7,0, son los monoglicéridos, especialmente los derivados del ácido pal-
mítico o del ácido esteárico. Los monoglicéridos comercia-
les utilizados deben contener preferiblemente por lo menos 90 % de monoglicéridos, estando constituido el resto por diglicéridos y triglicéridos principalmente.

15 Un factor HLB de 11,0-18,0 es adecuado cuando el objeto del emulgente es solamente la estabilización. Los factores HLB se determinan por medida o cálculo, como se describe en J. Soc. Cosm. Chem., 1 (1949), n° 5, pág. 311-326.

20 Los emulgentes estabilizantes no iónicos adecuados son, v.g., un éster o éter de polioxietilensorbitano o de polioxietileno o un éster o éter de poliglicerol. Son ejem-
plos de estas clases de emulgentes los siguientes: monolau-
rato de decaglicerol, monolaurato de polioxietilensorbita-
no, monoestearato de polioxietileno o éter de alcohol este-
arílico y óxido de etileno. Los dos emulgentes mencionados
en último lugar y también el monoestearato de polioxietilen
sorbitano son capaces de realizar a la vez la función esta-
bilizante y la desestabilizante. Los emulgentes aniónicos
30 con una acción estabilizante que pueden ser utilizados son

380327



1970

1 el oleato sódico y los ésteres parciales de ácido cítrico
y monoglicéridos de ácidos grasos que contienen por lo me-
nos 14 átomos de carbono. Los monoglicéridos pueden deri-
var de los glicéridos naturales, v.g. aceite de soja.

5 Otros emulgentes estabilizantes adecuados son los
coloides proteínicos, v.g. las fosfoproteínas. Los emulgen-
tes fosfoproteínicos pueden ser, por ejemplo, las sales al-
calinas de las fosfoproteínas o complejos de fosfátidos con
fosfoproteínas. Preferiblemente, pueden utilizarse los com-
10 plexos lipoproteínicos como los que se encuentran en la
yema de huevo o en el suero de mantequilla y las sales al-
calinas de las fosfoproteínas, v.g. el caseinato. Si se
utiliza yema de huevo como emulgente estabilizante, no de-
be ser desnaturalizada, por ejemplo mediante un tratamiento
15 térmico previo. Por lo tanto, se utiliza preferiblemente en
estado fresco, pero también puede ser utilizada en estado
preservado, por ejemplo mediante la adición de sal, siem-
pre que no esté desnaturalizada.

20 Si se utiliza un caseinato alcalino, se prefiere
emplear caseinato sódico, que, de preferencia, se prepara
in situ en la fase acuosa a partir de leche descremada me-
diante la adición de un agente formador de complejos con
el ión calcio, en forma de sal sódica, v.g. citrato sódico,
fosfatos condensados, por ejemplo tripolifosfato sódico,
25 tartrato sódico o la sal sódica del ácido etilendiami-
notetraacético. El sistema emulsionante debe encontrarse
presente en el unto alimenticio en pequeñas cantidades,
por ejemplo de 0,1 a 10 % del peso de la emulsión total.

30 Preferiblemente, los emulgentes estabilizantes se
utilizan en proporciones de 0,1-5 %, por ejemplo la yema

380327



1 de huevo se utiliza en una proporción de 1-5 % y preferi-
blemente de 1,5-3 % y el caseinato sódico en una propor-
ción de 0,1-1 % y preferiblemente de 0,2-0,5 %.

5 Los emulgentes desestabilizantes se utilizan pre-
feriblemente en proporciones de 0,25-1 % en peso, por ejem-
plo 0,3-0,6 % de monoestearato de glicerol como emulgente
desestabilizante, con 0,2-0,5 % de caseinato sódico como
emulgente estabilizante. La grasa en el unto alimenticio
plástico puede comprender uno o más triglicéridos de ácido
10 graso que pueden ser de origen animal o vegetal o ambos y
pueden incluir grasa normalmente líquida en la mezcla.

15 En general, todas las grasas y aceites glicéridos
adecuados para la preparación de margarina pueden ser apli-
cados en el unto alimenticio descrito, obteniéndose toda-
vía un comportamiento similar al de la mantequilla en el
producto final.

20 Con objeto de obtener un unto alimenticio de la
estructura deseada, el índice de dilatación de la grasa
utilizada debe estar comprendido preferiblemente entre 100
y $400 \text{ mm}^3/25 \text{ g}$ a 25°C ; todavía mejor, las dilataciones de
la grasa deben estar comprendidas también entre 200 y
 $1000 \text{ mm}^3/25 \text{ g}$ a 5°C . Los índices de dilatación pueden ser
determinados por el método descrito en H.A. Boekenooen,
"Analysis and characteristics of oils, fats and fat pro-
ducts", vol. 1, 1964, págs. 143-145.

25 La grasa en el unto alimenticio plástico puede ser
seleccionada, como en la margarina, de forma que comunique
propiedades particulares al unto, por ejemplo para propor-
cionar un efecto de sabor fresco mediante una curva de di-
latación muy pendiente, para proporcionar facilidad de ex-
30

380327



1970

1 tendido a bajas temperaturas o para comunicar características dietéticas especiales, por ejemplo mediante la presencia en la grasa de componentes con un contenido elevado en ácidos esenciales.

5 Les mezclas grasas de este último tipo de untos alimenticios incluyen una cantidad importante de un aceite vegetal que contiene por lo menos el 40 % en peso de ácidos grasos poli-insaturados, especialmente los ácidos grasos esenciales. Se cree que estos ácidos son dietéticamente ventajosos. Un ácido graso importante del grupo de ácidos esenciales es el ácido cis-9, cis-12-octadecadienoico, contenido el cártamo, semilla de algodón, germen de trigo, semilla de soja, semilla de uvas, semillas de adormidera, semilla de tabaco, nuez, maíz y especialmente aceite de girasol. Este último es producido en grandes cantidades y tiene un excelente sabor debido a su buena estabilidad frente a la oxidación. Por lo tanto, su presencia es preferida en estos productos.

15
20 Son especialmente ventajosos los untos alimenticios a base de una mezcla de aceite de mantequilla y aceite vegetal rica en ácidos grasos poli-insaturados. Los productos resultantes, que se parecen mucho a la mantequilla en consistencia y también en composición, son también superiores porque contienen más ácidos grasos poli-insaturados que la mantequilla natural. Pueden prepararse productos excelentes a partir de mezclas grasas que contienen 80-50 % de aceite de mantequilla y 20-50 % de estos aceites vegetales.

25
30 Como se ha explicado, algunas veces es necesario ajustar el pH a un valor al cual los emulgentes particula-

380327



1970

1 res presentes en el sistema emulsionante sean efectivos.
Así, el caseinato sódico debe ser mantenido en un medio a
pH 5,5-7,0, la yema de huevo a 4,0-7,0 y los emulgentes
5 sintéticos aniónicos, en general, deben ser mantenidos na-
turalmente a un pH ácido suficiente para su ionización.
La sal común, por ejemplo en una proporción del 10 %, pue-
de ser utilizada como preservativo adicional o para comuni-
car su sabor.

10 El componente acuoso es una composición habitual
empleada para este fin en la manufactura de la margarina
convencional. Así, se utiliza agua, a la que se pueden
agregar otros componentes, o leche completa, suero de man-
tequilla o leche descremada sola o diluida.

15 En la preparación de los productos, normalmente
el sistema emulsionante se dispersa primero en el compo-
nente acuoso, pero si se utilizan emulgentes solubles en
las grasas, por lo menos éstos pueden ser dispersados en
primer lugar en el componente graso, que puede ser fundi-
do cuando se agrega al componente acuoso. En la prepara-
20 ción de la emulsión, la grasa se agrega sobre el componen-
te acuoso. Ha de tenerse cuidado de evitar excesos locales
de grasa.

25 De preferencia, el componente acuoso también se
calienta antes de la adición de la grasa hasta la tempera-
tura a la cual la grasa está fundida. Cada emulsión puede
prepararse en forma continua o discontinua, por ejemplo en
la forma en que se fabrica mayonesa industrialmente. Es
muy conveniente proporcionar una mezcla adecuada, si es
necesario introduciendo más de un agitador en la vasija
30 emulsionante.



1 A continuación la emulsión puede ser homogeneiza-
da, preferiblemente de tal forma que la mayoría del acei-
te se encuentre en forma de gotitas con un diámetro de
3-10 micras. Este tratamiento de homogeneización puede
5 realizarse, por ejemplo, pasando la emulsión por un mo-
lino coloidal, un reactrón Willems o un válvula de homo-
geneización. La emulsión obtenida es enfriada después en
reposo, por ejemplo en latas o cubas, en contraste con el
proceso habitual para la margarina y la mantequilla, en
10 el que la emulsión se agita, por ejemplo en una batidora
o en un cambiador de calor de superficie rascada.

El unto alimenticio proporcionado es de composi-
ción plástica, es decir, que aunque es extendible, es de
forma suficientemente estable para conservar la forma del
15 molde en el que es preparado a la temperatura ambiente,
es decir entre 15° y 25°C. Aunque esta característica no
exige que cristalice una gran proporción de la grasa, por
lo menos debe cristalizar alrededor del 5 % y preferible-
mente el 10 % como mínimo, con objeto de establecer un
20 equilibrio estable en el producto.

Después de embalada, la emulsión puede ser enfria-
da por almacenamiento en una cámara refrigerada o pasándo-
la a través de un chorro de aire frío. Preferiblemente, la
temperatura en el espacio refrigerante debe ser de 10-25°C.

25 El tiempo de refrigeración requerido para obtener
el grado de desestabilización deseado puede variar, por
ejemplo, entre 45 y minutos y 80 horas según las condicio-
nes en que se efectúe el enfriamiento.

Los productos presentan una notable similitud con
30 la mantequilla, especialmente en lo que se refiere a su



1970

380327

1 consistencia, es decir a su plasticidad y elasticidad, que
probablemente representan las propiedades más importantes
entre las que contribuyen al atractivo de la mantequilla
por sus propiedades generales de manipulación. La plastici-
5 dad de un producto puede ser determinada insertando una va-
rilla en el producto y observando el grado de formación de
collar. También puede ser determinada por el hecho de que
el producto puede ser extendido uniformemente con un cuchi-
llo, dependiendo también esto en alto grado de la dureza
10 del producto. La elasticidad puede ser expresada y medida
por el módulo de elasticidad de acuerdo con el método de
Haighton descrito en "Chemisch Weekblad", nº 37, parte 60
(1964), pág. 508-511, y si el método se aplica a un número
de muestras de mantequilla y de margarina comercial, se ob-
15 servará que para la mantequilla este módulo es alrededor de
 $5-20 \times 10^6$ dinas/cm² y para una margarina de mesa de buena
calidad alrededor de $30-130 \times 10^6$ dinas/cm². La similitud
con la mantequilla puede ser aumentada, naturalmente, median-
te la selección cuidadosa de agentes saborizantes, vitaminas
20 y otros aditivos como los utilizados para este fin en la
margarina.

El invento es ilustrado mediante los siguientes
ejemplos:

EJEMPLO 1

25 Este ejemplo ilustra el efecto preservativo del
5-hidroximetil-2-furfural en diversas condiciones sobre la
leche descremada (base acuosa de leche similar a la margari-
na) rica en bacterias formadoras de esporas (aproximadamen-
te 100 por mililitro).

30 Las soluciones de ensayo se preparan llevando la

380327



1970

1

leche descremada al valor de pH requerido mediante una solución reguladora de citrato sódico/ácido cítrico y, si es necesario, disolviendo la cantidad requerida de sal común en ésta, después pasterizando el sistema durante 3 minutos a 70°C. En una primera serie de ensayos, el 5-hidroximetil-2-furfural se agrega en la concentración requerida a la leche descremada antes de la pasterización, mientras que en una segunda serie de ensayos, este compuesto se agrega después de la pasterización.

5

10

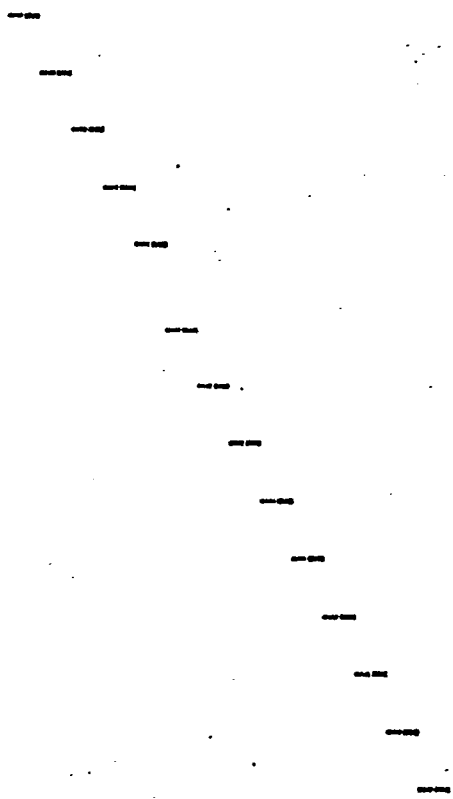
Las soluciones obtenidas se transfieren después a un matraz que está aislado de la atmósfera ambiente mediante una guata de algodón en rama y mantenido a 20°C. Se toman muestras de estas soluciones a intervalos regulares y se determina el crecimiento de bacterias por los métodos habituales. Los resultados se encuentran en la siguiente tabla.

15

20

25

30



380327

380327



Resultados

pH	% de 5-hidroximetil-2-furfural agregado antes de la pasterización	inmediato	después de 2 días	después de 5 días	después de 12 días	después de 20 días
5,5	0,2 % 0,4 % 0,6 % 0,2 % + 6,25 % NaCl 0,4 % + 6,25 % NaCl 0,6 % + 6,25 % NaCl	- - 1,5 x 10 ² - - 5,7 x 10 ²	5,6 x 10 ⁶ 1,9 x 10 ⁴ 9,3 x 10 ² 6,4 x 10 ² 2,1 x 10 ³ 4,1 x 10 ² 7,6 x 10 ²	1,0 x 10 ⁷ 1,4 x 10 ³ 2,5 x 10 ³ 1,5 x 10 ³ 3,8 x 10 ³ 1,7 x 10 ³ 1,3 x 10 ³	deteriorado deteriorado 1,2 x 10 ³ 8,1 x 10 ² deteriorado 9,5 x 10 ³ 1,0 x 10 ³ 1,5 x 10 ³	- - 3,6 x 10 ³ 1,2 x 10 ³ - 1,0 x 10 ³ 1,2 x 10 ³ 1,3 x 10 ³
5,5	% de 5-hidroximetil-2-furfural agregado después de la pasterización	3,1 x 10 ²	6,9 x 10 ⁶ 6,2 x 10 ² 1,6 x 10 ²	deteriorado 1,0 x 10 ⁷ 1,0 x 10 ² 1,0 < 10 ²	deteriorado 1,4 x 10 ² 2,1 x 10 ² deteriorado	- - 2,5 x 10 ² 2,7 x 10 ²
6,0	0,2 % + 6,25 % NaCl 0,4 % + 6,25 % NaCl 0,6 % + 6,25 % NaCl	7,3 x 10 ²	5,9 x 10 ³ 8,8 x 10 ² 6,5 x 10 ² 7,9 x 10 ²	1,0 x 10 ⁷ 1,5 x 10 ³ 1,3 x 10 ³ 1,1 x 10 ³	deteriorado 1,3 x 10 ³ 1,1 x 10 ³ 4,4 x 10 ³	1,5 x 10 ³ 1,2 x 10 ³ 1,5 x 10 ³

1

5

10

15

20

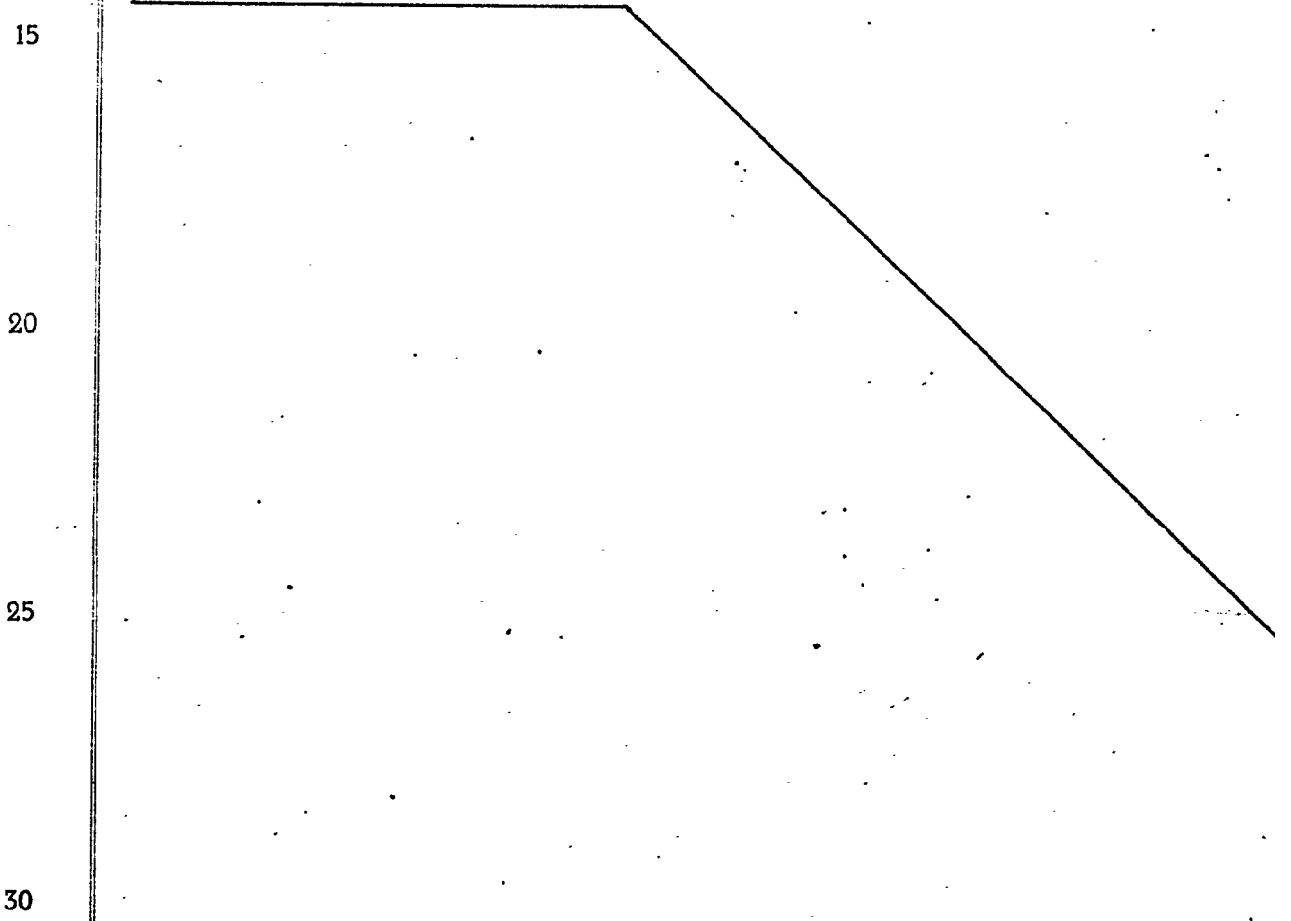
25

30

380327

38

	% de 5-hidroximetil-2-furfural agregado antes de la pasterización		inmediato	después de 2 días	Re des 5
1	5,5	0 %	-	5,6 x 10 ⁶	1,
		0,2 %	-	1,9 x 10 ⁴	1,
		0,4 %	-	9,3 x 10 ²	2,
5		0,6 %	1,5 x 10 ²	6,4 x 10 ²	1,
	6,0	0 % + 6,25 % NaCl	-	2,1 x 10 ³	3,
		0,2 % + 6,25 % NaCl	-	5,8 x 10 ³	1,
		0,4 % + 6,25 % NaCl	-	4,1 x 10 ²	1,
		0,6 % + 6,25 % NaCl	5,7 x 10 ²	7,6 x 10 ²	1,
	% de 5-hidroximetil-2-furfural agregado después de la pasterización				
10	5,5	0 %	3,1 x 10 ²	6,9 x 10 ⁶	de
		0,2 %	-	6,2 x 10 ²	1,
		0,4 %	-	1,6 x 10 ²	1,
		0,6 %	-	91	
	6,0	0 % + 6,25 % NaCl	7,3 x 10 ²	5,9 x 10 ³	1,
		0,2 % + 6,25 % NaCl	-	8,8 x 10 ³	1,
		0,4 % + 6,25 % NaCl	-	6,5 x 10 ³	1,
		0,6 % + 6,25 % NaCl	-	7,9 x 10 ²	1,



0327

380327



Resultados

Realización	inmediato	después de 2 días	después de 5 días	después de 12 días	después de 20 días
	-	5,6 x 10 ⁶	1,0 x 10 ⁷	deteriorado	-
	-	1,9 x 10 ⁴	1,4 x 10 ⁷	deteriorado	-
	-	9,3 x 10 ²	2,5 x 10 ³	1,2 x 10 ³	3,6 x 10 ³
	1,5 x 10 ²	6,4 x 10 ²	1,5 x 10 ³	8,1 x 10 ²	1,2 x 10 ³
	-	2,1 x 10 ³	3,8 x 10 ⁷	deteriorado	-
	-	5,8 x 10 ²	1,7 x 10 ³	9,5 x 10 ¹	1,0 x 10 ³
	-	4,1 x 10 ²	1,6 x 10 ³	1,0 x 10 ³	1,2 x 10 ³
	5,7 x 10 ²	7,6 x 10 ²	1,3 x 10 ³	1,5 x 10 ³	1,3 x 10 ³
Realización					
	3,1 x 10 ²	6,9 x 10 ⁶	deteriorado	-	-
	-	6,2 x 10 ²	1,0 x 10 ⁷	deteriorado	-
	-	1,6 x 10 ²	1,0 x 10 ²	1,4 x 10 ³	2,5 x 10 ²
	-	91	< 10 ²	2,1 x 10 ²	2,7 x 10 ²
	7,3 x 10 ²	5,9 x 10 ³	1,0 x 10 ⁷	deteriorado	-
	-	8,8 x 10 ²	1,5 x 10 ³	1,3 x 10 ³	1,5 x 10 ³
	-	6,5 x 10 ²	1,3 x 10 ³	1,1 x 10 ³	1,2 x 10 ³
	-	7,9 x 10 ²	1,1 x 10 ³	4,4 x 10 ³	1,5 x 10 ³

380327



1970

EJEMPLO 2

Empleo de 5-hidroximetil-2-furfural en productos alimenticios para untar similares a la margarina

A una mezcla grasa constituida por:

15 partes de aceite de semilla de girasol

25 partes de aceite de semilla de girasol endurecido hasta un punto de deslizamiento de 34°C

35 partes de aceite de coco

15 partes de aceite de palma endurecido hasta un punto de deslizamiento de 45°C

y con las siguientes dilataciones:

890 a 5°C

665 a 15°C

420 a 20°C

245 a 25°C

125 a 30°C

25 a 35°C

se añade 0,5 % de los ésteres glicerílicos parciales de una mezcla de ácidos palmíticos y esteáricos destilados que contiene 90 % de monoglicéridos y con un índice de equilibrio hidrofílico-lipofílico de 4,2. Se agregan pequeñas cantidades de aceites colorantes, vitaminas y agentes saborizantes.

Se prepara un constituyente acuoso que contiene:

90 partes de leche descremada conteniendo 2,8 % de caseína

8 partes de una solución al 10 % de citrato sódico

2 partes de una solución al 8 % de ácido cítrico

0,4 partes de 5-hidroximetil-2-furfural.

El pH del constituyente acuoso es 6,2 y se forma caseinato sódico in situ hasta el 0,4 % aproximadamente del peso de la emulsión total.

380327



1 Se funden (60°C) 83 partes de la mezcla grasa y se
agregan lentamente sobre 17 partes del constituyente acuo-
so para formar una emulsión de aceite en agua. La adición
se realiza agitando con un agitador de paletas en una va-
5 sija de doble pared a 60°C. A continuación la emulsión ob-
tenida es homogeneizada en un molino coloidal con la anchu-
ra de la ranura ajustada a 0,6 mm y con una velocidad peri-
férica media de 11 m/segundo. Después la mezcla es pasteri-
zada a 80°C durante 15 segundos y a continuación se deja
10 enfriar. La emulsión homogeneizada contiene 80 partes de
la grasa en glóbulos con un diámetro de 3-10 micras. Duran-
te el almacenamiento del producto durante 4 semanas a tem-
peraturas comprendidas entre 15 y 20°C, no se produce dete-
rioro microbiológico. Durante este tiempo; el producto con-
15 serva buenas propiedades de extendido sobre pan y no presen-
ta ninguna tendencia a formar terrones.

EJEMPLO 3

En un ensayo comparativo de emulsiones de grasa en
agua sembradas con las parejas de microorganismos dadas más
20 adelante, se encuentra que, en general, el 5-hidroximetil-
2-furfural permite un control mejor de su crecimiento que
el 2,5-dihidroximetilfurano o que el 5-acetoximetil-2-fur-
fural. Por el contrario, la actividad del 2,5-dialdehidofur-
ano es superior, pero este compuesto tiene un sabor amar-
25 go inaceptable.

Parejas de microorganismos probadas:

Ps. fluorescers/Cand. lip

St. aureus/Per. glaucum

E. coli/Paer. aur

30 S. typhim/Clad. butyri.

EJEMPLO 4.

Se determinan las Concentraciones Míminas de Inhibición (C.M.I.) del 5-hidroximetil-2-furfural frente a algunos microorganismos que estropean los alimentos o los envenenan.

Los resultados son los siguientes:

<u>Organismo</u>	<u>C.M.I. (%)</u>
Clostridium botulinum	0,3
Staphylococcus aureus	0,4
Salmonellae	0,6
Clostridium perfringens	0,4
Clostridium bifermentan	0,4
Clostridium butyricum	0,6
Clostridium sporogenes	0,3
Clostridium histolyticum	0,2
Pseudomonas sp	0,4
Bacillus cereus	0,6
Bacillus subtilis	0,5
Bacillus coagulans	0,5
Bacillus megaterium	0,6
Scherichia coli	0,5
Mezcla de levaduras	0,2

Se ha encontrado que el 5-hidroximetil-2-furfural es sorprendentemente efectivo contra los organismos anaerobios y Gram-negativos.

EJEMPLO 5

Se preparan unas muestras de untos de acuerdo con la patente belga 724.864. Se incluye 5-hidroximetil-2-furfural en la mezcla y se encuentra que actúa como excelente preservativo.

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

380327

- 22 -

Nº 380.327



30 SEP 1957

REIVINDICACIONES

1
5
1.- Un procedimiento para la preparación de un producto graso comestible, caracterizado por ajustar una fase acuosa a un pH entre 5 y 7, agregar al producto, para preservarlo, por lo menos 0,2% de 5-hidroximetil-2-furfural, sobre el peso del agua y emulsificar la fase acuosa con un aceite.

2.- Un procedimiento según la Reivindicación 1 caracterizado porque la grasa está emulsionada en el agua.

10
3.- Un procedimiento según la Reivindicación 2, caracterizado porque

(a) la grasa en estado fundido se dispersa en la fase acuosa en presencia del sistema emulsionante y de 5-hidroximetil-2-furfural y

15
(b) la emulsión se enfría en reposo hasta que se produce una cristalización de los componentes de punto de fusión más elevado suficiente para proporcionar por lo menos el 10% de material cristalizado sólido, sobre el peso de la composición,

20
estando seleccionado el sistema emulsionante para estabilizar la emulsión durante su preparación y tratamiento posterior y para distribuir en la fase dispersa, durante la etapa de cristalización, una pequeña proporción del agua medida por la disminución de la conductividad eléctrica del producto hasta el 80% como máximo de la conductividad de la emulsión antes de la cristalización.

25
30
4.- Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN PRODUCTO GRASO COMESTIBLE".

- 23 -
380327



1

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

5

Madrid, 2 de junio 1.970

BERNARDO UNGRIA

D.P.

10

15

20

25

30