



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0709048-0 B1

(22) Data do Depósito: 14/03/2007

(45) Data de Concessão: 05/09/2017



(54) Título: PRODUTO SÓLIDO QUE COMPREENDE GOTÍCULAS DE ÓLEO, SEU USOS E SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO, E MÉTODO PARA OBTENÇÃO DE UM ÓLEO SÓLIDO COM COMPOSIÇÃO CELULAR NÃO-HOMOGÊNEA

(51) Int.Cl.: A23D 7/00; A23D 7/01; A23D 7/04; A23L 1/035; A23L 1/052

(30) Prioridade Unionista: 22/03/2006 EP 06 111524.2

(73) Titular(es): NESTEC S.A.

(72) Inventor(es): ALEXANDRE IOAN ROMOSCANU; RAFFAELE MEZZENGA

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PRODUTO SÓLIDO QUE COMPREENDE GOTÍCULAS DE ÓLEO, SEU USOS E SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO, E MÉTODO PARA OBTENÇÃO DE UM ÓLEO SÓLIDO COM COMPOSIÇÃO CELULAR NÃO-HOMOGÊNEA"**.

5 A presente invenção refere-se a um produto sólido que compreende gotículas de óleo, bem como o processo para a produção desse produto sólido e o uso de tal produto.

Produtos sólidos baseados em óleo já são conhecidos no mercado. Esse é o caso, por exemplo, da margarina. A desvantagem da
10 margarina é que o óleo que é utilizado para a preparação do referido produto é hidrogenado, o que leva à saturação das ligações duplas de carbono. Sabe-se hoje na área nutricional que é melhor evitar essa hidrogenação e manter a insaturação das ligações duplas. A manutenção da insaturação no óleo possui benefícios positivos para a saúde do consumidor.

15 O objetivo da presente invenção é a produção de um produto de óleo sólido sem hidrogenação do óleo usado.

A presente invenção refere-se a um produto sólido que compreende gotículas de óleo que possuem um diâmetro na faixa de 0,1 a 100
20 microns, proteínas reticulados na interface das referidas gotículas, e qualquer composto polar de baixo peso molecular entre as interfaces da proteína reticulada.

Na presente especificação, a expressão "gotículas de óleo" significa partículas substancialmente esféricas, como partículas poliédricas.

A distribuição do tamanho da gotícula é medida por dispersão
25 luminosa com o uso de um Malvern MasterSizer.

O óleo usado de acordo com a invenção é escolhido do grupo que consiste em óleos de triglicerídeos e hidrocarboneto.

Mais preferivelmente, o óleo usado é escolhido do grupo que consiste em Triglicerídeos de Cadeia Média (MCT), azeite de oliva, óleo de
30 girassol, óleo de parafina e óleo mineral.

A proteína usada no produto da invenção é escolhida do grupo que consiste em proteínas do leite e proteínas da soja. Mais preferivelmente, β -

1a

caseína e β -lactoglobulina são usadas para o produto da invenção.
Caseinato de sódio também pode ser utilizado.

Segue-se folha 2

O composto intersticial de baixo peso molecular é escolhido do grupo que consiste em glicerol e sacarose.

Também é possível que o produto sólido da invenção contenha glutaraldeído ou transglutaminase. Essa não é a modalidade preferida da invenção.

A quantidade de óleo se situa entre 90 e 100%. Na especificação, todos são fornecidos em peso. A quantidade de proteína está entre 0,1 e 5%. A quantidade de composto intersticial de baixo peso molecular é de até 2%.

A presente invenção refere-se ainda a um processo para a preparação do produto de óleo sólido aqui descrito acima, em que:

- um óleo é disperso em uma solução de proteína para gerar uma emulsão,
- a emulsão é homogeneizada e lavada com água,
- é adicionado glutaraldeído ou transglutaminase ou a emulsão concentrada é aquecida, e
- é adicionado um composto intersticial polar de baixo peso molecular.

De acordo com a modalidade preferida da invenção, a emulsão é aquecida a aproximadamente 80°C por cerca de 10 a 60 minutos, sem a presença de agentes de entrecruzamento enzimático ou químico.

De acordo com uma segunda modalidade, a emulsão é derramada no mesmo volume de 1% em peso de solução aquosa de glutaraldeído, deixada por um certo tempo e lavada para separar glutaraldeído não-reagido.

De acordo com uma terceira modalidade, a emulsão é derramada no mesmo volume de 1 unidade/g de transglutaminase.

A presente invenção refere-se ainda ao uso do produto de óleo sólido como descrito acima, em que o referido óleo sólido é usado como inclusão ou matriz em produtos alimentícios para incluir óleo solidificado não-hidrogenado. A quantidade do produto de óleo sólido adicionada no produto alimentício pode variar muito amplamente. Por exemplo, a quantidade pode

se situar entre 0,1 e 99%. Não é um fator crítico o tipo de produto alimentício no qual o produto sólido pode ser adicionado. Por exemplo, ele pode ser adicionado em produtos culinários de qualquer tipo.

De acordo com outra característica da invenção, o produto da invenção é usado em produtos cosméticos como a matriz de encapsulação sólida para compostos lipofílicos. Nesse caso, a quantidade de produto usada também pode variar amplamente. Essa quantidade pode variar entre 0,1 e 99%.

De acordo com uma característica adicional da invenção, o uso do produto de óleo sólido pode ser explorado por suas baixas propriedades de lubrificação viscosa.

O produto da invenção pode tanto ser capaz de ser novamente emulsificado (essa é uma boa forma de uso na área culinária) quanto pode não ser capaz de ser novamente emulsificado (essa é uma boa forma de uso na área cosmética e de lubrificação).

Finalmente, a presente invenção também refere-se a um método de obtenção de um óleo sólido com composição celular não-homogênea, em que o referido óleo sólido é preparado de acordo com o processo descrito acima, por mistura de duas emulsões de óleo diferentes reticuladas como descrito acima, e exposição da mistura de emulsões à evaporação da água a fim de produzir um gel cujas células são feitas em múltiplas fases oleosas.

Será feita a descrição em relação às figuras.

A figura 1 mostra a estrutura interna de um gel resultante de uma emulsão monodispersa criada com um diâmetro de gotícula de 80 μm , como revelado por microscopia confocal. A fim de criar uma imagem da fase protéica, rodamina, a uma concentração de 10⁻¹⁰ M, é adicionada à fase aquosa tamponada com pH = 7,0 usada na etapa de lavagem final.

A figura 2 mostra a reidratação de um gel baseado em óleo de parafina, reticulado termicamente com $R = 0,5 \mu\text{m}$. Os quadrados brancos mostram a distribuição de raios de gotículas de emulsão criada após entrecruzamento. Os quadrados pretos mostram a distribuição de raios de gotículas de emulsão obtida após reidratação do gel seco com imidazol a 20 mM,

tampão do pH = 7,0. A figura mostra que o processo é totalmente reversível, e o tamanho da partícula das gotículas permanece o mesmo como na emulsão inicial.

5 O composto polar de baixo peso molecular é detectado por re-emulsificação do produto sólido em água e análise da composição de água que contém o referido composto polar de baixo peso molecular.

Será feita a seguir a especificação em relação aos exemplos.

Exemplo 1: Preparação da emulsão

10 Uma emulsão óleo-em-água grosseira em que a fase dispersa possui um diâmetro = 0,5 μm é feita derramando-se gradualmente sob agitação contínua o MCT em uma solução de proteína de 1% do peso com pH = 7,0. A solução de proteína pode ser tamponada (solução de imidazol a 20 mM, método de grau não-alimentício), ou o pH pode ser ajustado até 7,0 com hidróxido de sódio (método de grau alimentício).

15 A emulsão grosseira é homogeneizada por 300 segundos com uma unidade rotatória de dispersão ou, para os tamanhos mais finos de gotícula, um homogeneizador de alta pressão. A velocidade/pressão de cisalhamento determina o tamanho médio de gotícula do modelo de emulsão e subsequentemente o tamanho médio da célula.

20 A emulsão é deixada por aproximadamente 1 hora para permitir a adsorção completa de proteína. A emulsão é depois lavada, ou seja, a proteína não absorvida em solução é removida por diluição. Isso é alcançado ao se permitir que a emulsão se transforme em um creme em um frasco de decantação ou, para as emulsões mais finas, por centrifugação. A fase aquosa
25 é removida e a emulsão concentrada é rediluída com aproximadamente 5 vezes seu volume com água (método de grau alimentício) ou 20 mM de tampão imidazol a 20 mM, com pH = 7,0. Essa etapa é repetida duas vezes, resultando em uma diluição da proteína não absorvida na fase contínua por
30 duas ordens de magnitude. A irreversibilidade da adsorção de proteína mencionada acima permite a obtenção de emulsões estáveis com quantidades muito baixas de proteínas não adsorvidas. A proteína não adsorvida pode ser reutilizada.

Exemplo 2: Preparação do gel com glutaraldeído

As moléculas de proteína adsorvida são reticuladas, para assegurar a estabilidade da camada de proteína mediante a remoção posterior da fase contínua. O entrecruzamento da proteína adsorvida é obtido quimicamente com glutaraldeído, gerando um material de grau não-alimentício.

A emulsão lavada concentrada é derramada no mesmo volume de solução tamponada de 1% em peso de glutaraldeído, pH = 7,0, para assegurar o entrecruzamento das moléculas de proteína adsorvida, ao mesmo tempo evitando o entrecruzamento interpartículas. A emulsão diluída é deixada por 5 minutos sob agitação suave. A emulsão reticulada é lavada para separar o glutaraldeído não reagido de uma forma similar à etapa 3 acima, para obter uma emulsão concentrada com proteína interfacial reticulada. Esse método gera um material de grau não-alimentício.

Glicerol ou D(+)-sacarose é adicionado às emulsões concentradas cremosas até uma concentração de 0,5% em peso, sob agitação suave. A emulsão concentrada é moldada em um recipiente com uma alta proporção de largura em relação à altura, e deixa-se que ela seque por um período de 72 horas sob ventilação em temperatura ambiente para gerar um gel lipídico transparente.

A medida das gotículas de óleo com um Malvern MasterSizer fornece um diâmetro da ordem de 80 microns.

Exemplo 3: Preparação do gel com transglutaminase (Tgase)

Outra forma de reticular as proteínas é com Tgase.

A emulsão concentrada e lavada é derramada no mesmo volume de 1 U/g de solução de TGase e é deixada por 1 hora sob agitação suave. A emulsão é então lavada para separar a TGase não adsorvida e o excipiente de TGase de uma forma similar à etapa 3 acima, e é deixada no estado diluído a 55°C por cerca de 10 horas. Como é uma proteína, a TGase adsorve concomitante e irreversivelmente na interface óleo-água. A etapa de lavagem assegura que não ocorram mudanças importantes do pH durante o período de 10 horas a 55°C. Esse método gera um material de grau alimentício.

Glicerol ou D(+)-sacarose é adicionado às emulsões concentradas cremosas até uma concentração de 0,5% em peso, sob agitação suave. A emulsão concentrada é moldada em um recipiente com uma alta proporção de largura em relação à altura, e deixa-se que ela seque por um período de 72 horas sob ventilação em temperatura ambiente para gerar um gel lipídico transparente.

A medida das gotículas de óleo com um Malvern MasterSizer fornece um diâmetro da ordem de 80 microns.

Exemplo 4: Preparação do gel por aquecimento

Outra forma de reticular as proteínas é por aquecimento da emulsão.

A emulsão concentrada e lavada é aquecida a 80°C em um forno, e mantida nessa temperatura por 1 hora. Esse método gera um material de grau alimentício.

Glicerol ou D(+)-sacarose é adicionado às emulsões concentradas cremosas até uma concentração de 0,5% em peso, sob agitação suave. A emulsão concentrada é moldada em um recipiente com uma alta proporção de largura em relação à altura, e deixa-se que ela seque por um período de 72 horas sob ventilação em temperatura ambiente para gerar um gel lipídico transparente.

A medida das gotículas de óleo com um Malvern MasterSizer fornece um diâmetro da ordem de 80 microns.

REIVINDICAÇÕES

1. Produto sólido, caracterizado pelo fato de que compreende: gotículas de óleo, que possuem um diâmetro na faixa de 0,1 a 100 mícrons,
5 proteínas reticuladas na interface das referidas gotículas, e qualquer composto polar de baixo peso molecular entre as interfaces da proteína reticulada.
2. Produto sólido, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que é escolhido do grupo que consiste em óleos de triglicerídeos e
10 hidrocarboneto.
3. Produto sólido, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que é escolhido do grupo que consiste em triglicerídeo de cadeia média, azeite de oliva, óleo de girassol, óleo de parafina e óleo mineral.
4. Produto sólido, de acordo com a reivindicação 1 ou 2,
15 caracterizado pelo fato de que a proteína é escolhida do grupo que consiste em proteínas do leite e proteínas da soja.
5. Produto sólido, de acordo a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que a proteína é escolhida do grupo que consiste em β -lactoglobulina e β -caseína.
20
6. Produto sólido, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o composto intersticial de baixo peso molecular é escolhido do grupo que consiste em glicerol e sacarose.
7. Produto sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que contém ainda
25 glutaraldeído.
8. Produto sólido, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que contém ainda transglutaminase.
9. Produto sólido, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a quantidade de proteína está entre
30 0,1% e 5 do peso.
10. Produto sólido, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 9, caracterizado pelo fato de que a quantidade de

composto intersticial de baixo peso molecular é de até 2%.

11. Processo para preparação de um produto sólido, como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, caracterizado pelo fato de que:

- um óleo é disperso em uma solução de proteína para gerar uma emulsão,
- a emulsão é homogeneizada e lavada com água,
- é adicionado glutaraldeído ou transglutaminase, ou a emulsão concentrada é aquecida, e
- é adicionado um composto intersticial polar de baixo peso molecular.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que a emulsão é aquecida a 80°C por cerca de 10 minutos.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que a emulsão é derramada no mesmo volume de 1% do peso de solução aquosa de glutaraldeído, deixada por um certo tempo, e lavada para separar o glutaraldeído não-reagido.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que a emulsão é derramada no mesmo volume de 1 unidade/g de transglutaminase.

15. Uso do produto sólido, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o óleo sólido é usado como inclusão ou matriz em produtos alimentícios para incluir óleo solidificado não-hidrogenado.

16. Uso do produto sólido, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o óleo sólido é usado em produtos cosméticos como uma matriz de encapsulação sólida para compostos lipofílicos.

17. Uso do produto sólido, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o óleo sólido é usado por suas baixas propriedades de lubrificação viscosa.

18. Método para obtenção de um óleo sólido com composição celular não-homogênea, caracterizado pelo fato de que o referido óleo sólido é

preparado de acordo com o processo, como definido em qualquer uma das reivindicações 11 a 14, por mistura de duas emulsões de óleo diferentes.

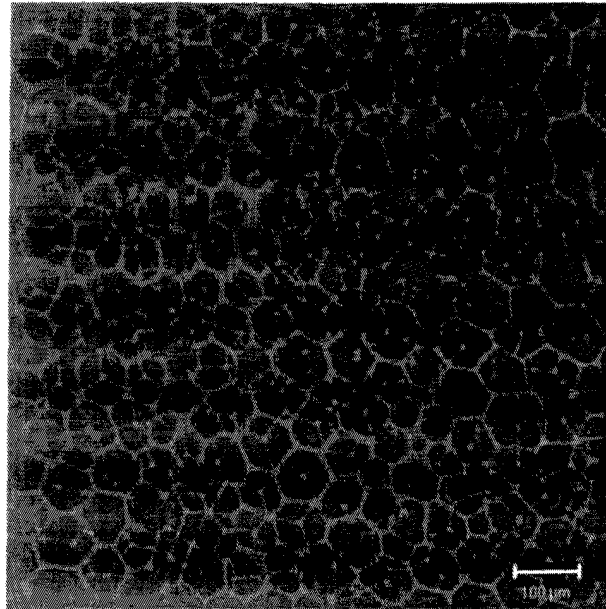


Fig. 1

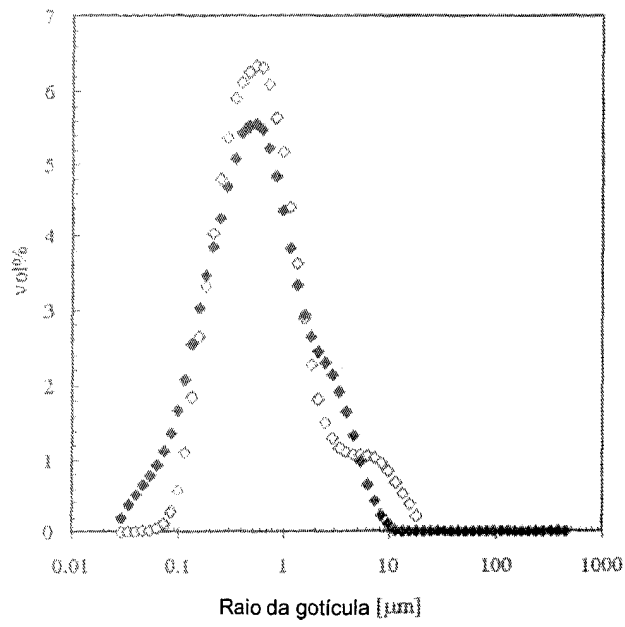


Fig. 2