

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 906 871**

51 Int. Cl.:

A23D 7/00 (2006.01)

A23D 9/05 (2006.01)

A23D 9/02 (2006.01)

C11B 7/00 (2006.01)

C11C 3/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.04.2018 PCT/EP2018/059115**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.06.2019 WO19120632**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.04.2018 E 18714807 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.12.2021 EP 3727004**

54 Título: **Composición de grasa dura**

30 Prioridad:

22.12.2017 EP 17210045

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

20.04.2022

73 Titular/es:

UPFIELD EUROPE B.V. (100.0%)

Nassaukade, 5

3071 JL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

DOL, GEORG CHRISTIAN;

MEEUSE, FREDERIK MICHIEL y

WIERINGA, JAN ALDERS

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 906 871 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de grasa dura

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a una composición de grasa dura. Más concretamente, la invención se refiere a una composición de grasa dura, por ejemplo en forma de mezcla, que no contiene grasa hidrogenada. La invención se refiere además a un procedimiento de preparación de una pasta grasa de dicha grasa dura y aceite, y a un procedimiento de obtención de una emulsión unttable de agua en aceite que contiene la grasa dura de la invención.

Antecedentes de la invención

10 Los productos alimentarios continuos de grasa son bien conocidos en la técnica e incluyen, por ejemplo, mantecas que comprenden una fase grasa y agua en aceites para untar, como la margarina, que comprende una fase grasa y una fase acuosa.

15 La fase grasa de la margarina y otras grasas comestibles similares para untar suele ser una mezcla de aceite líquido (es decir, grasa que es líquida a temperatura ambiente) y grasa que es sólida a temperatura ambiente. La grasa sólida (sólida a 20°C), también llamada grasa estructurante o grasa dura, sirve para estructurar la fase grasa (siendo el caso, por ejemplo, de una manteca así como de una emulsión de agua en aceite) y ayuda a estabilizar la fase acuosa, si está presente, formando una red de cristales de grasa. Está claro que las propiedades de la materia dura influyen en varias propiedades pasta para untar en la que se utiliza, por ejemplo, con respecto a la estabilidad de la emulsión, el tamaño de las gotas de agua y la distribución del tamaño de las gotas, la facilidad para extenderla y otras propiedades. En el caso de la margarina o la pasta para untar, lo ideal es que la grasa dura tenga propiedades tales que se derrita o disuelva a la temperatura de la boca, ya que de lo contrario el producto puede tener una sensación de pesadez y/o cera en la boca.

20 Aspectos importantes de una emulsión continua de grasa como, por ejemplo, la margarina o la pasta para untar son, por ejemplo, la dureza, la untabilidad y la capacidad de soportar ciclos de temperatura. Los ciclos de temperatura significan que el producto se somete a temperaturas bajas y altas (por ejemplo, cuando el consumidor saca el producto de la nevera y lo deja un tiempo en la mesa antes de utilizarlo). Esto puede tener una influencia negativa en la estructura de la pasta para untar (como por ejemplo la desestabilización de la emulsión o la exudación de aceite).

25 Por lo general, los productos alimenticios continuos de grasa comestible, como las mantecas y margarinas, y otros productos para untar continuos de grasa comestible similares, se preparan de acuerdo con procedimientos del estado de la técnica que abarcan las siguientes etapas:

1. Mezcla del aceite líquido, la grasa estructurante y, si está presente, la fase acuosa a una temperatura en la que la grasa estructurante es definitivamente líquida;
2. enfriamiento de la mezcla bajo alto cizallamiento para inducir la cristalización de la grasa estructurante para crear una emulsión;
- 35 3. formación de una red de cristales de grasa para estabilizar la emulsión resultante y dar al producto cierto grado de firmeza;
4. modificación de la red cristalina para producir la firmeza deseada, conferir plasticidad y reducir el tamaño de las gotas de agua.

40 Estas etapas se llevan a cabo normalmente en un procedimiento que implica aparatos que permiten calentar, enfriar y trabajar mecánicamente los ingredientes, como el proceso de batido o el proceso de votador. El proceso de batido y el proceso de votador se describen en la Enciclopedia Ullmans, quinta edición, volumen A 16, páginas 156-158.

45 Una desventaja de estos procesos de votador o de batido es que la composición completa (incluyendo el aceite líquido, la grasa estructurante y, si está presente, la fase acuosa) se somete a una etapa de calentamiento y otra de enfriamiento. Esto requiere mucha energía. Para una pasta de untar que contenga, por ejemplo, un 6 % de grasa estructurante, hay que calentar y enfriar toda la composición (100 % de peso). Otra desventaja de los procedimientos conocidos es que el producto o un ingrediente del mismo puede deteriorarse debido a los cambios de temperatura causados por la etapa de calentamiento y enfriamiento.

50 Se han descrito procedimientos alternativos en los que la grasa estructurante se añade como grasa en polvo (es decir, grasa cristalizada), eliminando así la necesidad de calentar toda la composición por encima de la temperatura de fusión de la grasa estructurante.

El documento EP 1865786-A divulga un procedimiento para la preparación de una dispersión comestible unttable en el que la grasa dura que da estructura y estabilidad a la emulsión se convierte primero en un polvo cuyas partículas

tienen una estructura microporosa de partículas de tamaño submicrónico. En este procedimiento de elaboración de la emulsión se somete a agitación una mezcla de aceite y dicho polvo de grasa dura (a una temperatura inferior al punto de fusión de la grasa de las partículas de agente estructurante) y se añade gradualmente una fase acuosa a la mezcla así obtenida hasta conseguir una dispersión. Los procedimientos adecuados para preparar un polvo de grasa para dicho procedimiento incluyen, por ejemplo, la criocristalización, en la que las gotas de líquido atomizadas entran en contacto con nitrógeno líquido, lo que hace que las gotas se solidifiquen instantáneamente, y la micronización de fusión supercrítica (ScMM), también conocida como partículas de soluciones saturadas de gas (PGSS). El ScMM es un procedimiento comúnmente conocido y se describe, por ejemplo, en J. of Supercritical Fluids 43 (2007) 181-190 y en EP1651338. Para algunas aplicaciones se prefieren los polvos de grasa preparados por esta micronización de fusión supercrítica (polvos de grasa micronizados).

Lo que tienen en común los procedimientos anteriores y otros procedimientos de fabricación de emulsiones untables de agua en aceite, como los productos para untar, es que implican el uso de una grasa dura (también llamada grasa estructurante, o para abreviar, grasa dura). Como ya se ha dicho, la grasa dura debe tener unas propiedades tales que se derrita o se disuelva a la temperatura de la boca o cerca de la misma, ya que, de lo contrario, el producto puede tener una sensación de pesadez y/o cera en la boca, pero debe ser en gran medida sólido a las temperaturas del frigorífico doméstico. Dentro de estos límites sigue habiendo una gran variación (por ejemplo, la pendiente y la forma de la curva de fusión), también en las propiedades de la pasta para untar, como la estabilidad de la emulsión, el tamaño de las gotas de agua y la distribución del tamaño de las gotas, la facilidad de extensión y otras propiedades. Dicho de otro modo, las propiedades de la grasa dura o de la grasa estructurante influirán en las propiedades de la pasta para untar. Las emulsiones untables de agua en aceite, como las pastas para untar, tienen preferentemente un tamaño de gota de agua pequeño (por ejemplo, un tamaño de gota $d_{3,3}$ inferior a 15 micras, más preferentemente inferior a 10 micras, más preferentemente entre 5 y 10 micras), y/o una distribución del tamaño de gota de agua expresada por e^σ (e-sigma) que es preferentemente pequeña (preferentemente inferior a 3, más preferentemente inferior a 2). Además, las pastas para untar deben tener preferiblemente una buena capacidad de extensión (por ejemplo, expresada por una prueba estandarizada de extensión, que puntúa, por ejemplo, la capacidad de extenderse de forma suave y homogénea), preferiblemente sin dejar muchas vacuolas, preferiblemente sin humedad libre al extenderse, y preferiblemente también un bajo nivel de rugosidad. Además, se desea que una extensión no muestre mucha agua libre en una prueba estandarizada sobre la misma. Las propiedades anteriores se aplican a una pasta para untar después de su fabricación, pero aún más después de haber sido sometida a pruebas de ciclos de temperatura, ya que esto es representativo de lo que ocurre con una tarrina de pasta para untar en un entorno doméstico: fuera del frigorífico y sobre la mesa se expone a una temperatura de 21°C durante, por ejemplo, 45 minutos, se vuelve a meter en el frigorífico durante unas horas, se vuelve a poner sobre la mesa durante 45 minutos, etcétera. Como ya se ha dicho, el material duro influye bastante en la calidad de una extensión, en particular en las propiedades expuestas anteriormente. El documento US2015/0208683 describe la grasa comestible dura B que consiste en inES48, una mezcla interesterificada de 65% de estearina de aceite de palma fraccionado en seco y 35% de aceite de palmiste, que tiene una composición de triglicéridos de 19,8% de triglicéridos HHH, 12,7% de triglicéridos H2M y 26,4% de triglicéridos H2U.

El documento US2013/0196046 divulga el aceite y la composición 1 (aceite y grasa A) que comprende un 20,4% de PPP, y un total de 38,2% de H2U (que contiene PPLi, PLiP (P= ácido palmítico, Li= ácido linoleico), PPO y POP (O= ácido oleico)).

El documento US 2010/291283 divulga una composición de grasa plástica que comprende un 10% de triglicéridos trisaturados constituidos únicamente por ácidos grasos saturados que tienen 16 o más átomos de carbono, en combinación con ácidos grasos saturados C12 y C14.

Sumario de la invención

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar una nueva grasa dura (mezcla), que no contenga grasa parcialmente endurecida (ya que no se desean los ácidos grasos trans), y que preferiblemente no contenga grasa totalmente endurecida, y cuya grasa dura (mezcla) debería dar lugar preferiblemente a una o más propiedades favorables como las expuestas anteriormente (sobre el tamaño de las gotas de agua, la distribución del tamaño de las gotas de agua, la untabilidad, el agua libre). En particular, dicha grasa dura (mezcla) debe funcionar bien cuando se utiliza en el procedimiento de elaboración de pastas para untar que implica el polvo de grasa micronizado del procedimiento de Micronización Súper Crítica de Fusión (ScMM) (también conocido como partículas de soluciones saturadas de gas: PGSS). El ScMM es un procedimiento comúnmente conocido y se describe, por ejemplo, en J. of Supercritical Fluids 43 (2007) 181-190 y en EP1651338y en esta última y en muchas otras solicitudes de patentes se describe cómo se pueden utilizar dichas partículas de grasa micronizada de una grasa dura para hacer emulsiones comestibles untables de agua en aceite.

Ahora se ha comprobado que el objetivo anterior puede cumplirse (al menos en parte) mediante una grasa dura comestible que comprenda al menos el 90% en peso de la grasa dura comestible de grasa de triglicéridos, comprendiendo dicha grasa de triglicéridos los siguientes triacilglicéridos, en % en peso sobre el total de triglicéridos:

- PPP del 20% al 30%

- H2M del 24% al 32%
- H2U del 8% al 12,5%,

5 donde P denota el residuo de ácido palmítico, M denota el residuo de 10 a 14 átomos de carbono (es decir, incluyendo el ácido cáprico, el ácido láurico y el ácido mirístico), U denota el residuo de ácido oleico o de ácido linoleico y H denota el residuo de un ácido graso saturado con más de 15 átomos de carbono, y en la que dicha grasa dura no contiene grasas hidrogenadas.

10 En este caso, PPP significa triglicéridos de sólo ácidos palmíticos. H2M es el nombre de los triglicéridos que tienen dos moléculas de ácidos grasos saturados con una longitud de 16 átomos de carbono o más, y una molécula de ácidos grasos saturada con una longitud de 10 a 14 átomos de carbono (es decir, HHM y HMM). H2U se refiere a los triglicéridos que tienen dos fracciones de ácidos grasos saturados con una longitud de 16 átomos de carbono o más, y una fracción de ácido graso insaturado con una longitud de 18 átomos de carbono (es decir, HHU y HUU).

Descripción detallada de la invención

15 En la presente invención, la grasa dura comprende en su mayoría una grasa de triglicéridos. La mayoría de las grasas duras convencionales son o están compuestas en gran parte por grasas de triglicéridos, como, por ejemplo, las fracciones de estearina del aceite de palma o del aceite de palmiste. Sin embargo, ocasionalmente también se utilizan otros materiales grasos como parte de una grasa dura, como por ejemplo esteroides o estanoles vegetales o sus ésteres. Sin embargo, en la presente invención, se prefiere que la grasa dura comprenda grasa de triglicéridos en una cantidad de al menos el 98% en peso sobre dicho polvo de grasa dura. Más preferentemente, la grasa dura consiste en la grasa de triglicéridos de la invención, es decir, que la grasa dura comestible de grasa de triglicéridos

20 consiste en grasa de triglicéridos que comprende los siguientes triacilglicéridos, en % en peso sobre el total de triglicéridos:

- PPP del 20% al 30%
- H2M del 24% al 32%
- H2U del 8% al 12,5%,

25 donde P denota el residuo de ácido palmítico, M denota el residuo de 10 a 14 átomos de carbono (es decir, incluyendo el ácido cáprico, el ácido láurico y el ácido mirístico), U denota el residuo de ácido oleico o de ácido linoleico y H denota el residuo de un ácido graso saturado con más de 15 átomos de carbono, y en la que dicha grasa dura no contiene grasas hidrogenadas. Preferentemente, para una buena función, la grasa dura según la presente invención comprende menos del 2% en peso de agua sobre la grasa dura comestible.

30 En la presente invención se comprobó que eligiendo cuidadosamente el o los componentes grasos que conforman la grasa dura (mezcla) se pueden obtener las propiedades deseadas. Más concretamente, se ha comprobado que la grasa dura que ha proporcionado las propiedades preferidas comprende una parte sustancial de triglicéridos (al menos el 90% en peso de la grasa dura comestible es grasa de triglicéridos, como se ha indicado anteriormente), y más preferentemente que dicha grasa dura consiste en la grasa de triglicéridos definida anteriormente con la composición de triacilglicéridos. También se ha comprobado que los triglicéridos de la grasa dura deben tener un

35 cierto número de ácidos grasos saturados. Más específicamente, se encontró que se prefiere que de la grasa dura según la presente invención, dicha grasa de triglicéridos comprenda residuos de ácidos grasos saturados en una cantidad de al menos 50%, preferiblemente en una cantidad de al menos 60%, más preferiblemente al menos 75% en peso sobre todos los residuos de ácidos grasos presentes en los triglicéridos. Asimismo, se ha comprobado que una cierta parte de la grasa de triglicéridos de la grasa dura está compuesta por triglicéridos sólo de ácido palmítico. Por lo tanto, se prefiere que de la grasa dura según la presente invención dicha grasa de triglicéridos comprenda triacilglicéridos PPP en una cantidad del 21% al 28%, en peso % sobre el total de triglicéridos, donde P significa ácido palmítico, y PPP significa triglicéridos de sólo ácidos palmíticos. Asimismo, se comprobó que de los triglicéridos de la grasa dura según la invención dicha grasa de triglicéridos comprende triacilglicéridos H2M en una

40 cantidad del 26% al 30%, en peso % sobre el total de triglicéridos en la grasa dura, donde M denota el residuo de 10 a 14 átomos de carbono (es decir, incluyendo el ácido cáprico, el ácido láurico, el ácido mirístico) y H denota el residuo de un ácido graso saturado con más de 15 átomos de carbono. H2M es el nombre de los triglicéridos que tienen dos moléculas de ácidos grasos saturados con una longitud de 16 átomos de carbono o más, y una molécula de ácidos grasos saturados con una longitud de 10 a 14 átomos de carbono (es decir, HHM y HMM).

50 Se prefiere la presencia de algún ácido graso insaturado como parte de la grasa dura de triglicéridos. Más concretamente, se prefiere que de los triglicéridos de la grasa dura según la presente invención, dicha grasa de triglicéridos comprenda triacilglicéridos H2U en una cantidad del 9% al 12%, en % peso sobre el total de triglicéridos, donde U denota el residuo de ácido oleico o ácido linoleico y H tiene el significado expuesto anteriormente. Más preferentemente, la grasa dura según la invención anterior tiene al menos dos de las realizaciones preferentes anteriores (en cuanto a la cantidad de triglicéridos, la presencia de agua, la cantidad de residuos de ácidos grasos saturados presentes en los triglicéridos, la cantidad de grasa de triglicéridos que comprende triacilglicéridos PPP, y/o triacilglicéridos H2M y/o triacilglicéridos H2U). H2U se refiere a los triglicéridos que tienen dos fracciones de ácidos

55

grasos saturados con una longitud de 16 átomos de carbono o más, y una fracción de ácido graso insaturado con una longitud de 18 átomos de carbono (es decir, HHU y HUH).

5 Generalmente, las grasas duras para su uso en emulsiones comestibles de agua en aceite, como las que se ajustan a la invención, tienen un determinado comportamiento de fusión. Esto es el resultado de la presencia de varios triglicéridos en la grasa dura, tal y como se ha expuesto anteriormente. Más generalmente, la grasa dura comestible según la presente invención tiene un comportamiento de fusión especificado por un contenido de grasa sólida N10 de 60 a 100, N20 de 50 a 100, y N35 de 5 a 65.

10 La grasa dura de la invención se diseñó específicamente para su uso en el procedimiento de elaboración de pastas para untar, que consiste en mezclar grasa micronizada en polvo procedente del procedimiento de micronización de fusión supercrítica (ScMM) (también conocido como partículas de soluciones saturadas de gas (PGSS)) con un aceite para proporcionar una papilla o dispersión de cristales de grasa en aceite, dispersión o papilla que puede mezclarse con una fase acuosa para proporcionar una emulsión comestible de agua en aceite. El ScMM es un procedimiento comúnmente conocido y se describe, por ejemplo, en J. of Supercritical Fluids 43 (2007) 181-190 y en EP1651338y en esta última y en muchas otras solicitudes de patentes se describe cómo se pueden utilizar dichas partículas de grasa micronizada de una grasa dura para hacer emulsiones comestibles untables de agua en aceite. A continuación, se prefiere que en la presente invención dicha grasa dura se presente en forma de grasa en polvo, preferiblemente una grasa micronizada en polvo. Como se ha mencionado, este polvo de grasa (micronizada) puede mezclarse con un aceite comestible para proporcionar (siempre que la temperatura se mantenga por debajo del punto de fusión de la grasa dura) una papilla o dispersión de cristales de grasa dispersos en aceite. En consecuencia, la invención se refiere además a un procedimiento de preparación de una papilla de grasa o una dispersión de grasa, dicho procedimiento comprende la etapa de mezclar un aceite comestible (líquido) con 2 a 20% en peso (sobre la papilla de grasa) de grasa en polvo según la presente invención. El aceite en dicho procedimiento es preferentemente un aceite vegetal, como el aceite de girasol, el aceite de colza, el aceite de soja y sus mezclas.

25 Una papilla o dispersión así obtenida puede convertirse en una emulsión de agua en aceite mezclándola con una fase acuosa para formar una emulsión. Este procedimiento como tal, con otras grasas duras, es bien conocido y se describe en el documento EP1651338 y en muchas otras solicitudes de patentes. Dicho procedimiento puede llevarse a cabo convenientemente utilizando la grasa dura según la presente invención. Así, la presente invención se refiere además a un procedimiento de preparación de una emulsión comestible de agua en aceite, procedimiento que comprende la etapa de mezclar una papilla de grasa preparada por el procedimiento según la presente invención y como se establece en el párrafo anterior, con una fase acuosa y emulsionar la fase acuosa.

30 Se cree que la grasa dura reivindicada actualmente también puede utilizarse de forma beneficiosa en otros procedimientos para hacer emulsiones comestibles (untables) de agua en aceite, en particular en procedimientos en los que una grasa dura fundida se mezcla con una fase de aceite frío o una dispersión de agua y aceite fría. Dichos procedimientos se recogen, por ejemplo, en los documentos: WO 2015/176872, WO 2017/084886, WO2017/084908, WO2017/084909, y WO2017/084910. Así, la presente invención se refiere además a un procedimiento de preparación de una papilla o dispersión de grasa, en el que el aceite comestible a una temperatura de entre -5 a +20°C se mezcla con un 2 a 30% en peso sobre la papilla de grasa de una grasa comestible dura fundida según la presente invención. La papilla o dispersión de grasa así obtenida puede mezclarse con una fase acuosa y emulsionarse para formar una emulsión comestible de agua en aceite de la misma manera que el procedimiento mencionado en el párrafo anterior.

También se cree que la mezcla de grasas duras según la presente invención puede utilizarse de forma beneficiosa en un procedimiento de votador convencional. Así, la presente invención se refiere además a un procedimiento de preparación de una emulsión comestible de agua en aceite, dicho procedimiento comprende las etapas de preparar una mezcla de:

- 45 - 5 a 30% en peso sobre la emulsión de grasa dura comestible según la presente invención,
- 25 a 90% en peso sobre la emulsión de un aceite comestible, y
- 15 a 60% en peso sobre la emulsión de una fase acuosa,

asegurando que todos los componentes de la mezcla se funden o disuelven, y procesando dicha mezcla en un intercambiador de calor de superficie rascada de manera que se obtenga una emulsión comestible de agua en aceite.

50 La mezcla de grasas duras según la presente invención se utiliza preferentemente en procedimientos para hacer emulsiones comestibles de agua en aceite que sean untables. Estas emulsiones se denominan a menudo "pastas para untar". Dichos productos para untar suelen tener una dureza que corresponde a un índice Stevens de entre 50 y 500 (preferiblemente entre 70 y 300). Como las pastas para untar inmediatamente después de la producción pueden ser bastante blandas y como ganan en firmeza después de unos días de almacenamiento refrigerado (de hecho, la firmeza que gana después de unos días de almacenamiento refrigerado se utiliza en la producción comercial de pastas para untar), el índice de Stevens de 50 a 500 (preferiblemente entre 70 y 300) no debe medirse

5 inmediatamente después de la producción, sino después de al menos 5 días de almacenamiento refrigerado (a una temperatura entre 2 y 10°C) después de la producción. Por lo tanto, la presente invención se refiere además a procedimientos para hacer emulsiones comestibles untables de agua en aceite, en las que la emulsión así preparada tiene un índice de Stevens de 50 a 500 (cuando se mide después de al menos 5 días de almacenamiento refrigerado después de la producción). El índice de Stevens para esto se puede determinar según el siguiente protocolo.

10 Los productos deben estabilizarse a 5 grados Celsius. A continuación, el índice de Stevens puede medirse con un penetrómetro Stevens (Brookfield LFRA Texture Analyser (LFRA 1500), ex Brookfield Engineering Labs, Reino Unido) equipado con una sonda de acero inoxidable de 6,35 mm de diámetro y que funciona así en modo "normal". Las mediciones deben realizarse en una cubeta de producto estándar de 250 ml (120 * 80 * 45 mm (longitud, anchura, altura). La sonda debe introducirse en el producto a una velocidad de 2 mm/s, con una fuerza de disparo de 5 gramos desde una distancia de 10 mm. La fuerza requerida debe leerse en la pantalla digital y se expresa en gramos.

Ejemplos

15 Composiciones

Las pastas para untar se elaboraron de acuerdo con la formulación básica de la Tabla 1. Se utilizaron diferentes composiciones de materia dura (comparativas I a IV, y una según la invención) en forma de grasa en polvo, mientras que también se variaron algunas condiciones de procedimiento.

Tabla 1. Composición de las pastas para untar utilizadas en el estudio de validación experimental.

ingrediente	cantidad (p/p-%)
Aceite de soja	39,4
Material duro (en forma de polvo de grasa)	5,4
Lecitina (lecitina de soja ex DuPont)	0,2
Fase de grasa total	45,0
Agua desmineralizada	53,35
Sal (NaCl)	1,65
Fase de agua total	55,0

20 Se utilizaron cinco composiciones diferentes de grasa dura, que se muestran en la Tabla 2. Estas se construyeron a partir de varias grasas fraccionadas e interesterificadas. Las grasas fueron caracterizadas (calculadas) con respecto al contenido de tres fracciones de composición:

- tripalmitina (tripalmitato de glicerol, PPP)
- 25 - un grupo de triglicéridos denominados H2M
- un grupo de triglicéridos denominados H2U

En el presente documento, PPP, H2M y H2U tienen el significado establecido en la descripción de la invención.

Tabla 2. Composiciones de la mezcla de grasas duras

Mezcla de grasas	Composición (%)					Contenido (%)		
	enES48	mfPO s	dfPOm	dfPKs	enES52	PPP	H2M	H2U
Comp I	68,46		21,08	3,93	6,53	13,0	18,9	24,0

Mezcla de grasas	Composición (%)					Contenido (%)		
Comp. II	0,13		1,07	30,15	68,66	12,6	27,7	4,4
1	46,53	13,08	0,58		39,81	23,0	27,0	11,0
Comp III	100,0					16,8	23,6	13,6
Comp IV	80,00	13,0		7,0		21,3	29,5	13,2

En la tabla anterior:

- inES48 es una mezcla interesterificada de 65% de estearina de aceite de palma fraccionado en seco con un índice de yodo de 14 y 35% de aceite de palmiste
- 5 - mfPOs es una fracción de estearina de aceite de palma obtenida por fraccionamiento seco multietapa
- dfPOm es una fracción media de aceite de palma obtenida por fraccionamiento en seco
- dfPKs es una fracción de estearina del aceite de palmiste obtenida por fraccionamiento en seco
- inES52 es una fracción de estearina interesterificada obtenida por fraccionamiento húmedo de una mezcla interesterificada de 57% de estearina de aceite de palma obtenida por fraccionamiento seco multietapa, con un índice de yodo de 14, y 43% de fracción de estearina de aceite de palmiste obtenida por fraccionamiento seco.

Procedimiento

Las pastas para untar se elaboraron mediante el siguiente procedimiento.

- 15 Los polvos de grasa se pulverizaron utilizando el procedimiento ScMM, procedimiento que también se describió en la patente WO 2010/069746. La concentración de CO₂ utilizada en el procedimiento fue del 47%. Las condiciones se eligieron de forma que el CO₂ fuera supercrítico durante la mezcla con la grasa fundida. A continuación, la grasa se pulveriza sobre una boquilla, se recoge en forma de polvo fino y se almacena en condiciones de refrigeración (5 °C).

A continuación, el polvo de grasa se mezcló con aceite de soja (19 °C) en el que se disolvió la lecitina y se recirculó sobre un mezclador de alto cizallamiento en condiciones de vacío. Esto da lugar a una dispersión de cristales de grasa dispersos en aceite de unos 20 °C. La mezcla se continuó durante 19 minutos.

- 20 La dispersión de grasa se mezcló con la fase acuosa en un procedimiento continuo, utilizando un agitador de agujas (unidad C de 1,5 litros, 100 kg/h, operado a una velocidad de 2000 rpm) para obtener la dispersión continua de grasa.

Los productos así obtenidos se analizaron en cuanto a:

- Dureza Stevens
- 25 - tamaño de las gotas ($d_{3,3}$)
- distribución del tamaño de las gotas e^σ (e-sigma, mediante RMN)
- extensión
- agua libre

- 30 Estas propiedades se determinaron directamente después de la producción y en varios momentos durante el almacenamiento, hasta 4 semanas a 5 °C. Las pruebas de almacenamiento también incluyeron ciclos de temperatura de acuerdo con los siguientes protocolos:

Tabla 3: condiciones de los ciclos de temperatura.

protocolo	Condiciones de temperatura
B	2 días 25 °C; 4 días 15 °C; 1 día 10 °C

protocolo	Condiciones de temperatura
B2	Como B, seguido de: 1 día 25 °C; 1 día 5 °C; 1 día 25 °C; 1 día 5 °C; 1 día 25 °C; 1 día 5 °C; 1 día 10 °C.
C	2 días 30 °C; 4 días 15 °C; 1 día 10 °C
C2	Como C, seguido de: 1 día 25 °C; 1 día 5 °C; 1 día 25 °C; 1 día 5 °C; 1 día 25 °C; 1 día 5 °C; 1 día 10 °C.

Procedimientos de análisis

Distribución del tamaño de las gotas de agua de las emulsiones AGUA/ACEITE

5 A lo largo de este procedimiento se utiliza la terminología habitual de la Resonancia Magnética Nuclear (RMN). Sobre la base de este procedimiento se pueden determinar los parámetros $d_{3,3}$ y $\exp(\sigma)$ de una distribución lognormal del tamaño de las gotas de agua. El $d_{3,3}$ es el diámetro medio de las gotas ponderado en volumen (en micras, en el presente caso) y e^σ (e-sigma) es la desviación estándar del logaritmo del diámetro de las gotas.

10 La señal de RMN (altura del eco) de los protones del agua en una emulsión de agua en aceite se mide utilizando una secuencia de 4 pulsos de radiofrecuencia en presencia (altura del eco E) y ausencia (altura del eco E*) de dos pulsos de gradiente de campo magnético en función de la potencia del gradiente. Los protones del aceite se suprimen en la primera parte de la secuencia 20 mediante un filtro de relajación. La relación ($R=E/E^*$) refleja el grado de restricción de la movilidad traslacional de las moléculas de agua en las gotas de agua y, por tanto, es una medida del tamaño de la gota de agua. Mediante un procedimiento matemático -que utiliza la distribución lognormal del tamaño de las gotas- se calculan los parámetros de la distribución del tamaño de las gotas de agua $d_{3,3}$ (diámetro medio geométrico ponderado en volumen) y e^σ (anchura de la distribución).

15 Se utiliza un imán Bruker con un campo de 0,47 Tesla (frecuencia de protones de 20 MHz) con un espacio de aire de 25 mm (Espectrómetro de RMN Bruker Minispec MQ20 Grad, ex Bruker Optik GmbH, DE).

Extensibilidad

La extensibilidad se determina según el siguiente protocolo.

20 Se utiliza una espátula flexible para extender una pequeña cantidad de la pasta para untar sobre un papel sin grasa. La pantalla de dispersión se evalúa de acuerdo con una escala estandarizada. Una puntuación de 1 representa un producto homogéneo y liso sin ningún defecto, un 2 se refiere al mismo producto pero con pequeñas observaciones como una ligera falta de homogeneidad o algunas vacuolas, un 3 se refiere al nivel en el que los defectos se vuelven casi inaceptables, como la humedad suelta o la rugosidad durante el esparcimiento. Una puntuación de 4 o 5 se refiere a productos inaceptables, donde el 4 se refiere a un producto que todavía tiene algunas propiedades de extensión, pero un nivel inaceptable de defectos.

Agua libre

30 Después de extender una muestra de grasa para untar, se determinó la presencia de agua libre utilizando papel indicador (Wator, ref 906 10, ex Machery-Nagel, DE) que desarrolla manchas oscuras donde se absorbe el agua libre.

Se utiliza una escala de seis puntos para cuantificar la calidad de la grasa de untar (DIN 10 311):

- 0 (cero) es un producto muy estable y bueno que no muestra ninguna coloración perceptible del papel;
- 1 (uno) cierta pérdida de humedad (una o dos manchas, o el papel cambia un poco de color en total);
- 2 (dos) como uno pero más pronunciado;
- 35 - 3 (tres) como uno, pero con manchas claras y cambio de color del papel;
- 4 (cuatro) el papel indicador cambia completamente a un color más oscuro;
- 5 (cinco) el papel se oscurece completamente y rápidamente en el nivel máximo de intensidad de color.

El mismo papel indicador se utiliza también para observar el agua libre en la superficie del producto, cuando todavía está en su envase. A continuación, se utiliza la misma escala de seis puntos.

40

Criterios de puntuación

Tabla 4: criterios de puntuación para las mediciones del tamaño de las gotas, las características de extensión y la aparición de agua libre.

	d _{3,3} (µm)	E-sigma	Extensión	Agua libre
G = bueno	<10	<2	Puntuación 1 -2	0-1
I = Intermedio	10-20	2-3		2-3
B = Malo	>20	>3	Puntuación 3-5	3-4

5 Para cualquier condición de almacenamiento dada (directa, después de un almacenamiento refrigerado o después de un ciclo de temperatura), las diferentes puntuaciones también se combinan en una puntuación global.

La puntuación global se determina por la peor puntuación obtenida (una de G, I, B) para cada uno de los cuatro criterios: tamaño de la gota, E-sigma, extensión, agua libre.

Resultados

10 Los productos elaborados con las diferentes composiciones de grasa dura (según la invención y las comparativas) tenían propiedades claramente diferentes. En las tablas 5a-c se ofrece una visión general.

La tabla 5a muestra los resultados de las mediciones del tamaño de las gotas. Se puede observar que la mezcla de grasa dura 1 da lugar a los tamaños de gota más pequeños. Además, sólo la mezcla de grasa dura 1 conduce a valores de e^σ que se califican como "buenos".

15 La Tabla 5b muestra que las mezclas de grasa dura 1 y la Comparativa IV tienen puntuaciones comparables en cuanto a la extensión y el agua libre, que son mejores que las encontradas con las otras mezclas.

La tabla 5c muestra las puntuaciones de calidad combinadas. En general, estos resultados muestran que la composición 1 da lugar a las mejores propiedades del producto según los criterios definidos.

Tabla 5a: Resultados de las mediciones del tamaño de las gotas

Ciclo C-2	e ^σ		2,14	-	1,84	2,74	2,12
	d _{3,3}	µm	9,28	-	5,84	7,96	6,25
Ciclo C	e ^σ		2,12	-	1,88	2,80	2,10
	d _{3,3}	µm	8,37	-	5,93	7,80	6,20
Ciclo B2	e ^σ		2,21	-	1,88	2,77	2,09
	d _{3,3}	µm	7,75	-	5,82	7,34	5,94
B-Cycle	e ^σ		2,27	-	1,88	2,80	2,06
	d _{3,3}	µm	6,90	-	5,99	7,40	5,81
4 semanas	e ^σ		2,37	-	1,89	2,76	2,15
	d _{3,3}	µm	7,26	-	5,77	7,13	6,00
Directo	e ^σ		2,20	-	1,91	2,50	2,08
	d _{3,3}	µm	7,10	-	5,86	7,40	5,97
	Mezcla de grasa dura		Comp I	Comp. II	1	Comp III	Comp IV

Tabla 5b. Resultados de las mediciones de extensión y de agua libre

Ciclo C2	Agua libre en	puntuación 0-5	0	-	0	3	1
	Agua libre después de	puntuación 0-5	0	-	0	2	0
	Puntuación de la extensión	puntuación 1-5	2	-	2	3	2
Ciclo C	Agua libre en el producto	puntuación 0-5	0	-	0	3	0
	Agua libre	puntuación 0-5	0	-	0	1	0
	Puntuación de la extensión	puntuación 1-5	2	-	1	2	1
Ciclo B2	Agua libre en el producto	puntuación 0-5	0	-	0	2	0
	Agua libre después de	puntuación 0-5	0	-	0	2	0
	Puntuación de la extensión	puntuación 1-5	2	-	2	3	1
B-Cycle	Agua libre en el producto	puntuación 0-5	0	-	0	3	0
	Agua libre después de	puntuación 0-5	0	-	0	2	0
	Puntuación de la extensión	puntuación 1-5	2	-	1	3	2
4 semanas	Agua libre en el producto	puntuación 0-5	0	-	0	3	0
	Agua libre después de	puntuación 0-5	0	-	0	2	0
	Puntuación de la extensión	puntuación 1-5	1	-	1	3	1
Directo	Agua libre en	puntuación 0-5	0		0	4	1
	Extensión		n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
	Grasa		C-I	C-II	1	C-III	C-IV

Tabla 5c. Puntuaciones combinadas de la calidad de los productos

Mezcla de grasas Dura	Puntuación global directa	Puntuación global después de 4 semanas	Puntuación global tras el ciclo B	Puntuación global tras el ciclo B2	Puntuación global tras el ciclo C	Puntuación global tras el ciclo C2
Comp I	I	I	I	I	I	I
Comp. II	B	B	B	B	B	B
1	G	G	G	G	G	G
Comp III	B	B	B	B	I	B
Comp IV	I	I	I	I	I	I

REIVINDICACIONES

1. Grasa comestible dura que comprende al menos el 90% en peso de grasa de triglicéridos en la grasa comestible dura, comprendiendo dicha grasa de triglicéridos los siguientes triacilglicéridos, en % peso sobre el total de triglicéridos:
 - 5 - PPP del 20% al 30%
 - H2M del 24% al 32%
 - H2U del 8% al 12,5%,

donde P denota el residuo de ácido palmítico, M denota el residuo de 10 a 14 átomos de carbono, U denota el residuo de ácido oleico o de ácido linoleico y H denota el residuo de un ácido graso saturado con más de 15 átomos de carbono, y en la que dicha grasa dura no contiene grasas hidrogenadas.
- 10 2. Grasa comestible dura según la reivindicación 1, en la que dicha grasa dura consiste en dicha grasa de triglicéridos.
3. Grasa comestible dura según la reivindicación 1 o 2, en la que la grasa dura comestible comprende menos del 2% en peso de agua
- 15 4. Grasa comestible dura según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha grasa de triglicéridos comprende residuos de ácidos grasos saturados en una cantidad de al menos el 50%, preferiblemente de al menos el 60%, más preferiblemente en una cantidad de al menos el 75% en peso sobre todos los residuos de ácidos grasos presentes en los triglicéridos.
5. Grasa comestible dura según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha grasa de triglicéridos comprende triacilglicéridos PPP en una cantidad del 21% al 28%, en % en peso sobre el total de triglicéridos.
- 20 6. Grasa comestible dura según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha grasa de triglicéridos comprende triacilglicéridos H2M en una cantidad del 26% al 30%, en % en peso sobre el total de triglicéridos.
7. Grasa comestible dura según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha grasa de triglicéridos comprende triacilglicéridos H2U en una cantidad del 9% al 12%, en % en peso sobre el total de triglicéridos.
- 25 8. Grasa dura comestible según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la grasa dura tiene un contenido de grasa sólida N10 de 60 a 100, N20 de 50 a 100 y N35 de 5 a 65.
9. Grasa dura comestible según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha grasa dura se presenta en forma de grasa en polvo, preferentemente un polvo de grasa micronizado.
- 30 10. Procedimiento de preparación de una papilla de grasa, comprendiendo dicho procedimiento la etapa de mezclar un aceite comestible con 2 a 20% en peso sobre la papilla de grasa en polvo según la reivindicación 9.
11. Procedimiento de preparación de una emulsión comestible de agua en aceite, procedimiento que comprende la etapa de mezclar una papilla preparada por el procedimiento según la reivindicación 10 con una fase acuosa y emulsionar la fase acuosa.
- 35 12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que la emulsión así preparada tiene un índice de Stevens de 50 a 500, medido como se define en la descripción.