

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

(21) **PI0709048-0 A2**

(22) Data de Depósito: 14/03/2007
(43) Data da Publicação: 21/06/2011
(RPI 2111)



(51) *Int.Cl.:*

A23D 7/00 2006.01
A23D 7/01 2006.01
A23D 7/04 2006.01
A23L 1/035 2006.01
A23L 1/052 2006.01

(54) Título: **PRODUTO SÓLIDO QUE COMPREENDE GOTÍCULAS DE ÓLEO**

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

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

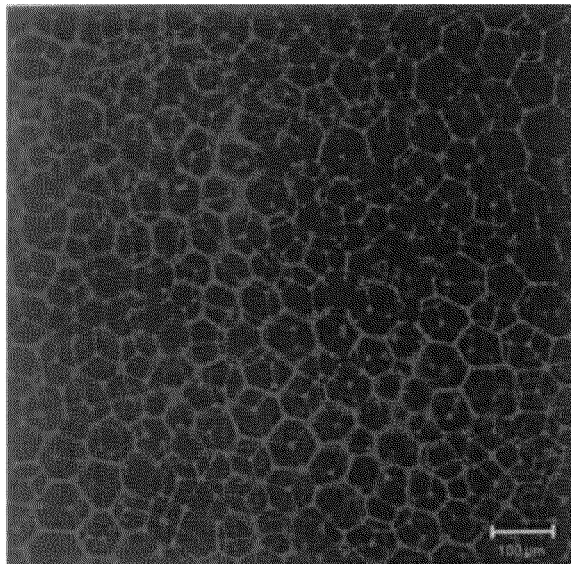
(72) Inventor(es): Alexandre Ioan Romoscanu, Raffaele Mezzenga

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007052404 de 14/03/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/107490 de 27/09/2007

(57) Resumo: PRODUTO SÓLIDO QUE COMPREENDE GOTÍCULAS DE ÓLEO. 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 microns, proteínas reticuladas na interface das referidas gotículas, e qualquer composto polar de baixo peso molecular entre as interfaces da proteína reticulada.





PI0709048-0

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PRODUTO SÓLIDO QUE COMPREENDE GOTÍCULAS DE ÓLEO**".

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 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.

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

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
5 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
10 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
15 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
20 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 ,
25 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
30 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 subsequente 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 que compreende gotículas de óleo que possuem um diâmetro na faixa de 0,1 a 100 microns, 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, em que o produto de óleo é escolhido do grupo que consiste em óleos de triglicerídeos e hidrocarboneto.

3. Produto sólido de acordo com a reivindicação 2, em que o produto de óleo 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 qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, em que a proteína é escolhida do grupo que consiste em proteínas do leite e proteínas da soja.

5. Produto sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações 4, em que a proteína é escolhida do grupo que consiste em β -lactoglobulina e β -caseína.

6. Produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, em que o composto intersticial de baixo peso molecular é escolhido do grupo que consiste em glicerol e sacarose.

7. Produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, em que ele ainda contém glutaraldeído.

8. Produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, em que ele ainda contém transglutaminase.

9. Produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 8, em que a quantidade de proteína está entre 0,1% e 5 do peso.

10. Produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 9, em que a quantidade de composto intersticial de baixo peso molecular é de até 2%.

11. Processo para a preparação de um produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, em que:

- um óleo é disperso em uma solução de proteína para gerar uma emulsão,

- a emulsão é homogeneizada e lavada com água,

5 - 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, em que a emulsão é aquecida a 80°C por cerca de 10 minutos.

10 13. Processo de acordo com a reivindicação 11, em 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.

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

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

20 16. Uso do produto de óleo sólido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, em que o referido óleo sólido é usado em produtos cosméticos como uma matriz de encapsulação sólida para compostos lipofílicos.

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

30 18. 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 como definido nas reivindicações de 11 a 14, por mistura de duas emulsões de óleo diferentes.

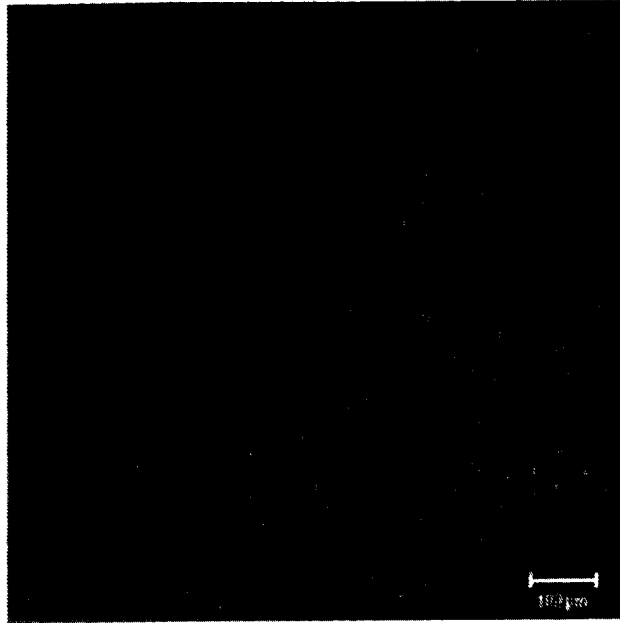


Fig. 1

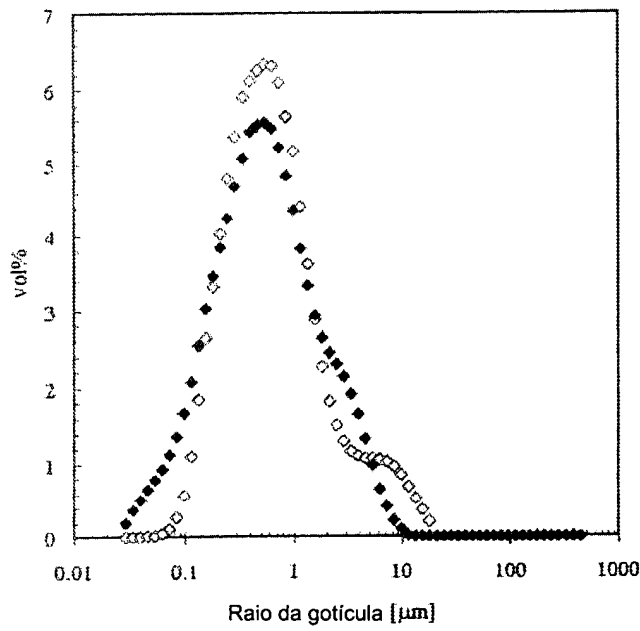


Fig. 2

RESUMO

Patente de Invenção: "**PRODUTO SÓLIDO QUE COMPREENDE GOTÍCULAS DE ÓLEO**".

5 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 microns, proteínas reticulados na interface das referidas gotículas, e qualquer composto polar de baixo peso molecular entre as interfaces da proteína reticulada.