



INPI
INSTITUTO
NACIONAL
DA PROPRIEDADE
INDUSTRIAL
Assinado
Digitalmente

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº BR 102014027999-7

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: BR 102014027999-7

(22) Data do Depósito: 28/10/2014

(43) Data da Publicação Nacional: 27/09/2016

(51) Classificação Internacional: A23D 7/02.

(52) Classificação CPC: A23D 7/02.

(54) Título: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CRISTAIS DE GORDURA MICROENCAPSULADOS, OS CRISTAIS DE GORDURA MICROENCAPSULADOS ASSIM OBTIDOS, E SEUS USOS

(73) Titular: UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS - UNICAMP, Instituição de Ensino e Pesquisa. CGC/CPF: 46068425000133. Endereço: Cidade Universitária "Zeferino Vaz" Distrito de Barão Geraldo, Campinas, SP, BRASIL(BR), 13083-970; INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, Brasileira. CGC/CPF: 46384400002605. Endereço: AVENIDA BRASIL, 2880, Campinas, SP, BRASIL(BR), 13070-178, Brasileira

(72) Inventor: MARIA CRISTINA C. NUCCI MASCARENHAS; LIRENY APARECIDA GUARALDO GONÇALVES; IZABELA DUTRA ALVIM.

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 28/10/2014, observadas as condições legais

Expedida em: 13/10/2021

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

Relatório Descritivo de Patente de Invenção para **“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CRISTAIS DE GORDURA MICROENCAPSULADOS, OS CRISTAIS DE GORDURA MICROENCAPSULADOS ASSIM OBTIDOS, E SEUS USOS”**

CAMPO DA INVENÇÃO

[0001] De forma abrangente, a presente invenção está inserida no setor de óleos e gorduras, cosméticos e fármacos e se refere a um processo de obtenção de cristais de gordura microencapsulados que compreendem pelo menos um material de parede e pelo menos um material de recheio. A presente invenção se refere, ainda, aos cristais de gordura microencapsulados assim obtidos, e seus usos.

[0002] Mais especificamente, os cristais de gordura microencapsulados proporcionados pela presente invenção são utilizados na obtenção de gorduras estruturadas atuando na cristalização de óleos e gorduras, permitindo obter rede cristalina mais homogênea e acelerando o processo de cristalização. Os referidos cristais são utilizando, ainda, na preparação de produtos alimentícios emulsionados, podendo ser também cosméticos e farmacêuticos, bem como na preparação de produtos alimentícios com base hidrofóbica, podendo ser também cosméticos e farmacêuticos.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

[0003] A cristalização dos óleos e gorduras está altamente relacionada às características finais dos produtos como textura, consistência, brilho e sabor, interferindo na forma de derretimento à boca e liberação dos voláteis. As gorduras com alto valor de ácidos graxos *trans* foram por muito tempo uma grande solução em relação à modulação da cristalização de gorduras, porém a gordura *trans* está banida do mercado por efeitos maléficos à saúde humana. Com a restrição de uso destas gorduras o mercado de produtos à base de

gorduras (produtos de panificação, confeitaria, margarinas, sorvetes e *shortening*) tem passado por inúmeras dificuldades em obter nas novas formulações as mesmas características físicas das gorduras que antigamente eram obtidas com alto conteúdo de gorduras *trans*. O óleo de palma (OP) é uma opção viável, porém sua lenta cristalização e baixa consistência à temperatura ambiente afeta sua aplicação industrial. Uma das novas tecnologias utilizadas para modulação de gordura é a sementeira (*seeding*) com materiais de ponto de fusão alto denominados sementes de cristalização. A aplicação de sementes de cristalização na indústria já tem sido bastante utilizada e explorada para acertos de cristalização e estruturação de gorduras. Existem trabalhos e usos industriais de óleo totalmente hidrogenado (OTH), um tipo de semente de cristalização de gorduras, em diversas formas (fundido ou micronizado), materiais lipídicos específicos como triacilgliceróis puros, emulsificantes ou aditivos também como sementes de cristalização de gorduras. Porém, ainda existem dificuldades operacionais na ampliação de sua utilização em relação ao manuseio e aplicação.

[0004] A adição do OTH fundido ou de triacilgliceróis puros normalmente requer ajustes na linha de produção. Estes materiais possuem ponto de fusão muito alto, exigindo uso de temperatura alta para manter a fase oleosa líquida fundida evitando a cristalização deste material na tubulação, gerando maior gasto de energia e limitando o uso em produtos que contenham materiais funcionais ou sensíveis a tratamentos térmicos. Outra forma de aplicação é o OTH micronizado, ou seja, cristalizado em forma de micropartículas através de técnicas de microemulsão, *spray chilling* ou moagem. Estas partículas são de OTH puro com tamanho de partícula pequeno, na faixa micro. Um problema relacionado a esta aplicação direta de OTH envolve a dificuldade de sua dispersão ao meio. Além de serem totalmente hidrofóbicas e não se dispersarem em meios hidrofílicos, são adicionadas em quantidades pequenas e precisam ser amplamente dispersas ao meio para poderem

atuar como sementes de cristalização de forma eficaz e homogênea. O tamanho de partícula é de grande importância, pois quanto menor o tamanho e menos aglomerado estiver o produto micronizado, mais facilmente este conseguirá exercer a função de semente de cristalização. Estes materiais lipídicos podem não ter total afinidade com meios hidrofóbicos por incompatibilidade entre eles e em meios hidrofílicos possuem afinidade bastante restrita. Mesmo em tamanho bastante reduzido, estes materiais lipídicos tendem a se aglomerar com facilidade devido à repulsão entre as partículas no meio hidrofílico e por incompatibilidade entre lipídios em meios hidrofóbicos. Estes efeitos podem prejudicar sua dispersão em presença de água (meio hidrofílico) ou reduzir sua atuação em meio hidrofóbico, gerando estruturas cristalinas não homogêneas.

[0005] O documento BR 10 2012 024791 7, por exemplo, refere-se à aplicação de sementes de cristalização, compreendendo óleo totalmente hidrogenado de palma e óleo totalmente hidrogenado de soja, em processos de cristalização de manteiga de cacau e gorduras equivalentes. O referido ensinamento não prevê o uso de OTH microencapsulado em material de parede como polissacarídeos compreendendo sementes de cristalização microencapsuladas, favorecendo o processo de aplicação em meios hidrofílicos e hidrofóbicos, no processo de modulação de gorduras de maneira mais rápida, promovendo rede cristalinas mais homogêneas auxiliando na melhora de textura e estabilidade de emulsões e de exsudação de óleo em aplicação de gordura para uso geral.

[0006] Já, o documento "Hachiyaa L., Koyanoa, T.; Sato, K. Seeding Effects on Solidification Behavior of Cocoa Butter and Dark Chocolate. I. Kinetics of Solidification. JAOCS, Vol. 66, no. 12, pag 1757-1762, 1989" revela o uso de manteiga de cacau, triacilgliceróis puros dos tipos SOS, BOB e SSS micronizados (20 a 70 μm) como sementes de

cristalização de manteiga de cacau e chocolate amargo (as siglas "B", "O" e "S" referem-se, respectivamente, a ácido behênico, ácido oléico e ácido esteárico). No entanto, o triacilglicerol SSS micronizado não se mostra adequado como semente de cristalização devido às diferenças de composição química e estrutura polimórfica com a manteiga de cacau. Ainda, as sementes de cristalização descritas neste artigo são micronizadas através da técnica de moagem a frio o que não favorece a dispersão e formação de rede cristalina homogênea.

[0007] A utilização de materiais lipídicos em microencapsulação é amplamente conhecida, tanto como materiais de recheio, tais como óleos essenciais, compostos funcionais como carotenóides e fosfolipídeos, vitaminas lipossolúveis e corantes, como também como materiais de parede, por exemplo, em partícula lipídica sólida (PLS).

[0008] Os processos utilizados na maioria das técnicas envolvendo óleo e gorduras em microencapsulação são o *spray drying* e o *spray chilling*, sendo que o primeiro é o mais comumente utilizado para encapsulação pois produz pós de alta qualidade e apresenta flexibilidade processual. Mais especificamente, o processo de *spray drying* envolve a homogeneização de material de recheio (hidrofóbico) com o material de parede e esta emulsão formada é atomizada em uma câmara aquecida, resultando em micropartículas caracterizadas por uma matriz com partículas de material de recheio dispersas uniformemente em sua totalidade. Desta maneira óleos se tornam micro gotículas e gorduras se tornam microcristais dispersos na matriz de material de parede, resultando em um pó fino. Desta forma em pó facilita a aplicação, a dissolução aos demais ingredientes não gordurosos, podendo ser armazenadas em temperatura ambiente e com melhoria da estabilidade durante a estocagem e transporte, acrescidos de proteção contra a provável oxidação. O intuito dos processos de microencapsulação se

resume na proteção do material de recheio e/ou de controle da liberação do recheio em um determinado meio ou condição.

[0009] Além das vantagens de produção de sementes de cristalização microencapsuladas por *spray drying* mencionadas acima, as características obtidas das micropartículas produzidas por este processo e com esta composição, sendo OTH em pó microencapsulado ou carregado, é de grande interesse. As gotículas de OTH dispersas na solução de material de parede durante a etapa de homogeneização, anterior ao processo de *spray drying*, se cristalizam dispersas na matriz sólida do material de parede ao passarem pela secagem. Esta emulsão necessita ser estabilizada com lecitina de soja para garantir que as gotículas dispersas não coalesçam e desestabilize a emulsão. A matriz sólida formada pelo material de parede mantém o OTH cristalizado e disperso por toda a micropartícula, evitando aglomerações. Desta forma, partículas de pequeno tamanho se aproximam a núcleos e aglomerados de cristais de gordura, atuando como sementes de cristalização. Os tamanhos de partículas produzidas por *spray drying* são na faixa de 5 a 150 μm , segundo Onwulata *et al.* (1994) e Thies (1994), portanto os cristais de OTH dispersos na matriz de material de parede alcançam tamanhos muito menores.

[0010] Em relação aos materiais de paredes e materiais de recheio empregados em processos de microencapsulação, existem documentos do estado da técnica que descrevem partículas de amido de milho modificado tipo OSA (anidrido n-octenil succínico) ou maltodextrina como materiais de parede para microencapsular ativos, fármacos ou aromas e fragrâncias, porém nenhum deles utiliza como material de recheio óleo totalmente hidrogenado (OTH) e nem a função das micropartículas é de semente de cristalização de gorduras.

[0011] O amido de milho modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico) é amplamente utilizado em microencapsulação de aromas

líquidos por *spray dryer*. O amido de milho nativo detém caráter hidrofílico, porém ao passar por um processo de esterificação com anidrido n-octenil succínico (n-OSA) em meio alcalino ocorre a introdução de grupos bifuncionais que são hidrofílicos e hidrofóbicos presentes concomitantemente. O amido de milho modificado tipo OSA (anidrido n-octenil succínico) continua hidrofílico, porém com características também hidrofóbicas, reduzindo seu EHL (Balanço/equilíbrio hidrofílico lipofílico). Desta forma melhora suas propriedades emulsificantes, estabilizantes e encapsulantes, proporcionando emulsões mais estáveis antes de ser submetido ao processo de *spray dryer* e auxiliando na dispersão das micropartículas nos meios de aplicação hidrofóbicos. Maltodextrinas, por sua vez, são comumente utilizadas na técnica de microencapsulação por *spray dryer* sendo carboidratos sem doçura, constituídos de α -(1-4) ligado a D-glucose, originário de amido parcialmente hidrolisado. São chamadas maltodextrinas os carboidratos que possuem dextrose equivalente (DE) < 20. Produtos encapsulados com maltodextrinas com alto valor de DE são extremamente estáveis em relação à oxidação do material de recheio. São altamente hidrofílicas dissolvendo-se rapidamente na presença de água.

[0012] No estado da técnica, destacam-se vários documentos de patente relacionados à tecnologia da presente invenção, principalmente micropartículas de açúcares, utilizadas na área alimentícia, farmacêutica e cosmética, compreendendo diversos componentes como material de recheio como pode ser visto a seguir:

[0013] O documento WO 2002/041709, por exemplo, refere-se a micropartículas de fragrância com formação de dupla camada compreendendo a utilização de amido de milho modificado – OSA (anidrido n-octenil succínico) e gordura como materiais de parede. De acordo com este ensinamento, o material de recheio compreende componentes de natureza química que não caracteriza sementes de

cristalização. Além disso, o material de parede compreende, além do amido modificado tipo OSA, gorduras associadas ao referido carboidrato, formando uma dupla camada. Tal característica confere natureza demasiadamente protetiva e controlada do material de parede em relação ao material de recheio, característica indesejada para o que propõe a presente invenção, uma vez que a mesma utiliza material de parede que propicia a liberação do material de recheio para acelerar o processo de cristalização de gorduras.

[0014] O documento EP 1 116 515 descreve a produção de micropartículas de amido modificado detendo ativos hidrofóbicos (sabores, aromas e ativos fármacos) através do processo de extrusão. No entanto, este documento não se refere a sementes de cristalização como material de recheio. Ainda, a aplicação das micropartículas descritas neste documento não abrange seu uso em processos de cristalização de óleos e gorduras.

[0015] O documento WO 2009/005718 refere-se a micropartículas de maltodextrina para liberação controlada de polipeptídeos e descreve uma micropartícula com material de recheio microencapsulado. Contudo, este documento não se refere a um material de recheio compreendendo sementes de cristalização a serem utilizadas para obtenção de micropartículas e aplicadas em processos de cristalização de óleos e gorduras.

[0016] Já, o documento WO 2004/098318 apresenta micropartículas contendo ativos encapsulados produzidas preferencialmente com alginato por meio da técnica de *crosslinking* incluindo micropartículas cujo material de parede consiste em carboidratos. No entanto, este documento não prevê o uso de sementes de cristalização como material de recheio nem mesmo a aplicação das micropartículas em processos de cristalização de óleos e gorduras.

[0017] O documento WO 2011/090811 apresenta um produto alimentício compreendendo colóides hidrofílicos à base de açúcares aplicados em emulsão de óleo e água e menciona micropartículas de açúcares hidrofílicos e sua aplicação em sistemas de óleo e água. Entretanto, este documento não prevê o uso do material de recheio bem como o fato do material de parede compreender características hidrofílica e hidrofóbica concomitantemente e a aplicação das micropartículas em processos de cristalização de óleos e gorduras.

[0018] Diante do exposto acima, não é detectada no estado da técnica a presente invenção que se refere a micropartículas lipídicas compreendendo um material de recheio constituído por sementes de cristalização microencapsuladas, ou, mais especificamente, óleos totalmente hidrogenados microencapsulados; e um material de parede que apresenta, simultaneamente, características hidrofílicas e hidrofóbicas e suas consequentes vantagens como a possibilidade de sua aplicação em meios hidrofílicos ou hidrofóbicos, principalmente em processos de cristalização de óleos e gorduras com maior rapidez, além de ser possível proporcionar a obtenção de rede cristalinas homogêneas incrementando a textura do meio aplicado, favorecendo a estabilidade em relação à separação de fase de emulsões e exsudação de óleo em sistemas hidrofóbicos.

OBJETIVOS DA INVENÇÃO

[0019] É objetivo da presente invenção prover um processo de obtenção de cristais de gordura microencapsulados de modo a gerar cristais a serem utilizados para compor uma rede cristalina mais homogênea, neste caso, homogênea o suficiente para proporcionar aumento da textura e maior estabilidade de emulsões estruturadas.

[0020] É ainda objetivo da presente invenção prover cristais de gordura microencapsulados para serem utilizados na preparação de produtos alimentícios emulsionados.

[0021] É ainda objetivo da presente invenção prover cristais de gordura microencapsulados para serem utilizados na preparação de produtos cosméticos emulsionados.

[0022] É ainda objetivo da presente invenção prover cristais de gordura microencapsulados para serem utilizados na preparação de produtos farmacêuticos emulsionados.

[0023] É ainda objetivo da presente invenção prover cristais de gordura microencapsulados para serem utilizados na preparação de produtos alimentícios com base hidrofóbica, auxiliando na formação de uma rede cristalina responsável pelo aumento da textura e menor exsudação de óleo de sistemas estruturados.

[0024] É ainda objetivo da presente invenção prover cristais de gordura microencapsulados para serem utilizados na preparação de produtos cosméticos com base hidrofóbica, auxiliando na formação de uma rede cristalina responsável pelo aumento da textura e menor exsudação de óleo de sistemas estruturados.

[0025] É ainda objetivo da presente invenção prover cristais de gordura microencapsulados para serem utilizados na preparação de produtos farmacêuticos com base hidrofóbica, auxiliando na formação de uma rede cristalina responsável pelo aumento da textura e menor exsudação de óleo de sistemas estruturados.

[0026] É ainda objetivo da presente invenção prover micropartículas compreendendo material de parede que apresenta simultaneamente características hidrofílicas e hidrofóbicas permitindo assim sua aplicação em meios hidrofílicos e hidrofóbicos, principalmente em processos de cristalização de óleos e gorduras.

BREVE DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

[0027] A presente invenção atinge esses e outros objetivos por meio de um processo de obtenção de cristais de gordura

microencapsulados que compreende as seguintes etapas principais:

- a) homogeneização de pelo menos um material de parede selecionado dentre derivado de polissacarídeos dos grupos de amidos (milho, mandioca), açúcares (maltodextrinas, dextroses) e proteínas lácteas, dito material de parede disperso em água com pelo menos um material de recheio selecionado dentre óleos totalmente hidrogenado e materiais lipídicos de alto ponto de fusão e a mistura dos mesmos ou gorduras de alto ponto de fusão originadas dos processos de interesterificação com óleos vegetais refinados, hidrogenação ou fracionamento,
- b) estabilização com lecitina de soja com alto HLB, obtendo-se uma emulsão;
- c) atomização da emulsão obtida na etapa b) em *Spray Dryer*.

[0028] A presente invenção atinge esses e outros objetivos por meio de cristais de gordura microencapsulados caracterizados pelo fato de serem obteníveis pelo processo objetivado acima.

[0029] A presente invenção atinge esses e outros objetivos por meio de uso de cristais de gordura microencapsulados objetivados acima na preparação de gordura estruturada para produtos alimentícios, cosméticos e farmacêuticos, sendo que tais produtos podem ser intermediários ou produtos finais.

[0030] A presente invenção atinge esses e outros objetivos por meio de uso de cristais de gordura microencapsulados objetivados acima na preparação de emulsão estruturada para produtos alimentícios, cosméticos e farmacêuticos, sendo que tais produtos podem ser intermediários ou produtos finais.

[0031] A presente invenção atinge esses e outros objetivos por meio de uso de cristais de gordura microencapsulados objetivados acima na preparação de sistema estruturado para produtos alimentícios, cosméticos e farmacêuticos, sendo que tais produtos podem ser

intermediários ou produtos finais.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[0032] A presente invenção será descrita a seguir com mais detalhes, com referência aos desenhos anexos, no qual:

[0033] Figura 1 – é um gráfico que ilustra distribuição unimodal dos tamanhos de partículas dos cristais de gordura microencapsulados produzidos com OTH de soja com material de parede amido de milho modificado – OSA, objeto da presente invenção;

[0034] Figura 2 (A, B, C, D, E, F, G, H) – são gráficos do tipo difratogramas dos cristais de gordura microencapsulados a base de OTH de soja e de palma com materiais de parede amido de milho modificado – OSA e maltodextrina, objetos da presente invenção, sendo: A: MPSA 30; B: MPSA 45; C: MPSA 60; D: MPSM 30; E: MPSA 45; F: MPSA 60; G: MPPA 30 e H: MPPM 30. S: OTH de soja; P: OTH de palma; A: amido de milho modificado –OSA e M: maltodextrina; 30, 45 e 60 são as proporções de material de recheio;

[0035] Figura 3 – Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura dos cristais de gordura microencapsulados MPSA 45 e MPSM 45;

[0036] Figura 4 – é um gráfico que ilustra os valores de temperatura das misturas de óleo de palma com cristais de gordura microencapsulados (gorduras estruturadas), correspondente a 4% de conteúdo de sólidos, sendo concretizações preferidas da presente invenção;

[0037] Figura 5 – é um gráfico do tipo isoterma de cristalização a uma temperatura de 25°C das misturas de óleo de palma com cristais de gordura microencapsulados (gorduras estruturadas) (correspondente a 3% de OTH), sendo concretizações preferidas da presente invenção;

[0038] Figura 6 (A, B) – são gráficos que ilustram valores médios de consistência dos sistemas estruturados armazenados em temperaturas que variam de 25 a 35°C, por 5 meses;

[0039] Figura 7 – é um gráfico que ilustra eventos de cristalização dos sistemas estruturados, objeto da presente invenção, armazenados em temperaturas de 25°C;

[0040] Figura 8 – são fotos que ilustram imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos sistemas estruturados armazenados em temperaturas de 25°C;

[0041] Figura 9 (A, B) – são gráficos que ilustram valores médios de consistência das emulsões estruturadas, concretizações preferidas da presente invenção, armazenadas em temperaturas de 5°C (1 dia e 1 mês) e 25°C (1 dia);

[0042] Figura 10 – é um gráfico do tipo difratogramas das emulsões estruturadas, concretizações preferidas da presente invenção, armazenadas em temperaturas de 5°C por 1 mês;

[0043] Figura 11 – é uma foto que ilustra imagem obtida por microscopia de luz polarizada das emulsões estruturadas, concretizações preferidas da presente invenção, armazenadas em temperatura de 25°C por 4 meses.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0044] A presente invenção se refere a um processo de obtenção de cristais de gordura microencapsulados e aos ditos cristais assim obtidos que compreendem de 40 a 70% de ao menos um material de parede, sendo que o material de parede é derivado de polissacarídeos dos grupos de amidos (milho, mandioca), açúcares (maltodextrinas, dextroses) e proteínas lácteas, preferencialmente selecionados dentre maltodextrina e amido modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico); e ao menos um material de recheio selecionado dentre óleos

totalmente hidrogenado e materiais lipídicos de alto ponto de fusão e a mistura dos mesmos ou gorduras de alto ponto de fusão originadas dos processos de interesterificação com óleos vegetais refinados, hidrogenação ou fracionamento, preferencialmente óleo totalmente hidrogenado de palma e óleo totalmente hidrogenado soja, sendo que os referidos cristais de gordura microencapsulados se caracterizam por material de recheio com ponto de fusão superior ao ponto de fusão da gordura a ser aplicado para cristalização, tamanhos de partículas no máximo de 150 µm e propriedades baixas de aglomeração entre eles para facilitar a dispersão ao meio. Conseqüentemente, a invenção refere-se aos cristais de gordura microencapsulados assim obtidos.

[0045] A presente invenção se refere, ainda, ao uso dos referidos cristais de gordura microencapsulados:

- na cristalização de óleos e gorduras, como o óleo de palma, que é característico pela cristalização lenta,
- como moduladores e sementes de cristalização resultando em gorduras estruturadas;
- como estabilizantes de emulsões estruturadas;
- como redutores de exsudação de óleo em sistemas estruturados;
- em sistemas lipídicos hidrofóbicos com ou sem presença de outros cristais como açúcares, como sistemas de óleo de palma e açúcar, resultando em sistemas estruturados;
- em sistemas lipídicos hidrofílicos como emulsões óleo de palma em água (o/a) e água em óleo de palma (a/o), resultando em emulsões estruturadas, permitindo obter redes cristalinas homogêneas capazes de:
 - i) produzir uma rede cristalina e um sistema estruturado com maior resistência à ciclicização térmica, características de textura desejáveis na maioria dos produtos e alta velocidade de cristalização;

ii) manter o óleo retido na rede cristalina, diminuindo problemas de exsudação normalmente encontrados em produtos com presença de ácidos graxos insaturados;

iii) provocar uma cristalização capaz de manter emulsão estabilizada por mais tempo, atuando na fase contínua e evitando a coalescência das gotículas dispersas da emulsão.

- em qualquer base lipídica em que seja preciso melhorar a acessibilidade a outros meios hidrofílicos

[0046] Para efeito dessa invenção, entende-se como "material de parede" qualquer material derivado de polissacarídeos dos grupos de amidos (milho, mandioca), açúcares (maltodextrinas, dextroses), proteínas lácteas preferencialmente, maltodextrina e amido modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico).

[0047] Para efeito dessa invenção, entende-se como "material de recheio" qualquer material que esteja encapsulado ou protegido por outro material como óleos totalmente hidrogenado e materiais lipídicos de alto ponto de fusão e a mistura dos mesmos ou gorduras de alto ponto de fusão originadas dos processos de interesterificação com óleos vegetais refinados, hidrogenação ou fracionamento, preferencialmente óleo totalmente hidrogenado de palma e soja.

[0048] Para efeito dessa invenção, entende-se como "cristais de gordura microencapsulados" qualquer material composto por pelo menos um "material de parede" e um "material de recheio" com características de semente de cristalização, na forma de pó, em tamanhos de partículas no máximo de 150 μm , sendo que estes cristais podem conter diferentes proporções entre material de recheio e material de parede.

[0049] Para efeito dessa invenção, entende-se como "gordura estruturada" qualquer material do grupo de óleos e gorduras adicionado dos referidos "cristais de gordura microencapsulados", com alterações

estruturais e formação de rede cristalina homogênea, ampliando sua aplicabilidade. Entenda-se como gorduras produzidas para uso industriais para uso geral, alimentício, farmacêutico ou cosmético.

[0050] Para efeito dessa invenção, entende-se como "emulsões estruturadas" qualquer produto alimentício emulsionado do tipo O/A ou A/O, podendo também ser estendido a cosméticos e fármacos, adicionado dos referidos "cristais de gordura microencapsulados", com alterações estruturais e formação de rede cristalina homogênea, ampliando sua estabilidade e adequando sua textura. Dentre os produtos alimentícios são compreendidos qualquer sistema emulsionado desde massa alimentícia como bolos, *cookies*, pães, panetones, bem como no preparo de margarinas, sorvetes, cremes e produtos lácteos.

[0051] Para efeito dessa invenção, entende-se como "sistemas estruturados" qualquer produto alimentício composto de mistura de óleo e gordura com materiais sólidos hidrofóbicos, podendo também ser estendido a cosméticos e fármacos, adicionado de "cristais de gordura microencapsulados", com alterações estruturais e formação de rede cristalina homogênea, ampliando sua estabilidade quanto à exsudação de óleo e adequando sua textura. Dentre os produtos alimentícios são compreendidos qualquer sistema hidrofóbico como recheios para aplicação em bolos, bombons e biscoitos.

[0052] No decorrer da descrição desta invenção, serão utilizadas diversas siglas. Por este motivo, abaixo, encontra-se uma lista contendo os significados das referidas siglas:

MO: óleo de palma.

MMPPA 30: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de palma (30%) e amido-OSA.

MMPPM 30: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de palma (30%) e maltodextrina.

MMPSA 30: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de soja (30%) e amido-OSA .

MMPSM 30: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de soja (30%) e maltodextrina.

MMPSA 45: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de soja (45%) e amido-OSA.

MMPSM 45: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de soja (45%) e maltodextrina.

MMPSA 60: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de soja (60%) e amido-OSA.

MMPSM 60: gordura estruturada com cristais de gordura microencapsulados de OTH de soja (60%) e maltodextrina.

SMOP: sistema estruturado sem cristais de gordura microencapsulados.

SMMPSA 30: sistema estruturado com cristais de gordura microencapsulados de OTHS (30%) e amido de milho modificado -OSA.

EMOP: emulsão estruturada sem cristais de gordura microencapsulado.

EMMPSA 45: emulsão estruturada com cristais de gordura microencapsulado de OTHS (45%) e amido de milho -OSA.

EMMPSM 45: emulsão estruturada com cristais de gordura microencapsulado de OTHS (45%) e maltodextrina.

[0053] Como exemplo de concretização preferida da presente invenção, são obtidos cristais de gordura microencapsulados compreendendo material de parede sendo amido de milho modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico) e maltodextrina, separadamente. Observa-se que durante o processo de produção, o amido de milho obteve melhor desempenho com rendimentos de produção maiores que com maltodextrina.

[0054] Ainda, como exemplo de concretização preferida da presente invenção, são obtidos cristais de gordura microencapsulados compreendendo material de recheio OTH de palma e OTH de soja, separadamente, com o intuito de obter opções de cristais gordura de polimorfismos diferentes, sendo a forma β para OTH de soja e a forma β' para OTH de palma. Após a produção, os cristais de gordura microencapsulados mantiveram o polimorfismo característico, porém o efeito de aceleração da cristalização, em óleo de palma foi maior na presença de OTH de soja que de OTH de palma.

[0055] Ainda, cristais foram testados na presente invenção nas proporções de 30:70, 45:55, 60:30, respectivamente. Em termos gerais de produção das micropartículas e aplicações testadas, os cristais de gordura microencapsulados que obtiveram melhores resultados foram com proporção de 45:55, material de parede amido de milho modificado (OSA) e material de recheio OTH de soja.

[0056] A presente invenção, além de atingir todos os objetivos já apresentados, apresenta diversas vantagens das quais algumas são mencionadas abaixo:

- a microencapsulação, característica inerente à presente invenção, favorece a liberação direta dos óleos totalmente hidrogenados nos meios, tornando mais ágil o processo de cristalização e, conseqüentemente, produzindo redes cristalinas homogêneas e densas aplicáveis em alimentos, tais como recheio de bombons e biscoitos, cremes e coberturas aumentando a textura e reduzindo exsudação de óleo e em sistemas hidrofílicos como margarinas, cremes tipo chantilly, sorvetes de maneira a melhorar a textura e estabilidade das emulsões;

- ainda, a microencapsulação de OTHs em micropartículas de polissacarídeos de natureza hidrofílica e hidrofóbica simultaneamente, conforme presente na presente invenção, favorece sua dissolução em meios hidrofílicos bem como a formação de uma emulsão estável,

solucionando assim a problemática do estado da técnica no que se refere a aplicação de óleos totalmente hidrogenados puros em processos de cristalização:

i) demanda derretimento em altas temperaturas devido ao seu alto ponto de fusão; e

ii) em virtude de seu caráter hidrofóbico, ao serem adicionados em meios com presença de água, os óleos totalmente hidrogenados não se dispersam facilmente, prejudicando sua homogeneidade na mistura;

- ademais, a forma física (pó) e composição (parte hidrofílica e hidrofóbica) dos cristais de gorduras microencapsulados favorecem seu manuseio e aplicação em processos produtivos, sendo facilmente pesados, dispersados e homogeneizados na linha de produção, não havendo necessidade de grandes alterações de processo e nem de uso de temperaturas muito altas.

[0057] Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar o escopo do mesmo.

[0058] A presente invenção se refere a um processo de obtenção de cristais de gordura microencapsulados, que compreende basicamente uma etapa de homogeneização dos materiais de parede dispersos em água (fase hidrofílica) com o material de recheio (parte lipofílica), estabilizadas com lecitina de soja com alto HLB para garantir a dispersão das gotículas do OTH dispersos na fase hidrofílica sem que coalesçam causando a separação de fases. Esta emulsão estabilizada é atomizada no *Spray Dryer* onde ocorre a secagem desta emulsão e formação das micropartículas, ou, cristais de gordura microencapsulados.

[0059] Em uma primeira concretização preferida da presente invenção, o processo para obtenção de cristais de gordura

microencapsulados compreende as seguintes etapas principais:

a) Dispersão de pelo menos um material de parede em água sob temperatura que varia entre 65°C e 75°C, sendo preferencialmente 70°C, sob agitação magnética em cerca de 350 rpm até obtenção de completa dissolução;

b) Dissolução completa de pelo menos um material de recheio (fase oleosa) mantido em chapa de aquecimento sob temperatura que varia entre 65°C e 75°C, sendo preferencialmente 70°C, até atingir fusão total;

c) Adição de lecitina de soja (HLB 9) em uma quantidade que varia entre 0,3% e 0,6%, sendo preferencialmente, 0,6% à dispersão de material de parede obtido na etapa a), obtendo-se uma solução;

d) Adição da solução da etapa c) à dissolução obtida na etapa b) e homogeneização em ultraturrax IKA entre 18.000 rpm e 22.000 rpm, sendo preferencialmente 20.000 rpm, por um período entre 3 min e 7 min, sendo preferencialmente por 5 minutos, sob aquecimento em uma temperatura que varia entre 65°C e 75°C, sendo preferencialmente 70°C, obtendo-se uma emulsão;

A emulsão obtida na etapa d) é mantida sob aquecimento em tanque aquecido em uma temperatura que varia entre 65°C e 75°C, sendo preferencialmente 70°C com agitação que varia entre 100 rpm e 150 rpm, sendo preferencialmente 120 rpm para manter a emulsão estável.

e) Atomização da emulsão obtida na etapa d) em *spray dryer* ou qualquer sistema de secagem;

A atomização consiste em injeção da emulsão através de um bico atomizador de 0,7mm e pressão de ar comprimido de 45 a 55 L/h, sendo preferencialmente 50 L/h, para dentro de uma câmara de ar aquecida em temperatura que varia entre 120°C a 190°C, sendo preferencialmente de 130°C, com uma vazão de entrada que varia entre 5 mL/min a 25 mL/min, sendo preferencialmente 15 mL/min.

Assim que a água é evaporada, as micropartículas secas são encaminhadas por um ciclone para um coletor. Estas condições são totalmente dependentes do equipamento utilizado.

f) Obtenção de cristais de gordura encapsulados de óleos totalmente hidrogenados após a realização da etapa e) através da coleta das micropartículas secas armazenadas no coletor;

g) Armazenagem dos cristais de gordura encapsulados obtidos na etapa f) em recipientes plásticos com vedação e opacos e mantidos a temperatura ambiente.

[0060] Sendo que:

- A lecitina é adicionada com finalidade de estabilizante da emulsão garantindo a dispersão das gotículas de OTH na fase hidrofílica evitando a coalescência e desestabilização da emulsão durante a etapa de secagem. Pode-se adicionar outro estabilizante que seja equivalente à lecitina nesta configuração;
- A etapa e) de atomização seja realizada, preferencialmente, em *spray dryer*;
- As condições utilizadas devem ser adequadas e ajustadas para cada tipo de equipamento garantindo a secagem total dos cristais de gordura microencapsulados;
- As proporções mássicas percentuais do material de parede nas micropartículas lipídicas (cristais de gordura microencapsulados) obtidas na dita primeira concretização do processo da presente invenção variam entre 40% e 70%, baseando-se na massa total das micropartículas;
- As proporções mássicas percentuais do material de recheio nas micropartículas lipídicas (cristais de gordura microencapsulados) obtidas na dita primeira concretização do processo da presente

invenção variam entre 30% e 60%.

[0061] Ainda, a presente invenção se refere a um processo para obtenção de gorduras estruturadas, um subproduto alimentício, que compreende o emprego dos cristais de gordura microencapsulados proporcionados pela presente invenção e as seguintes etapas:

- i. fusão de óleo de palma em banho-maria sob temperatura que varia entre 55°C e 65°C, sendo preferencialmente 60°C;
- ii. adição dos cristais de gordura microencapsulados obtidos no processo já descrito no óleo de palma fundido obtido na etapa a), mantendo-se em temperatura que varia entre 55°C e 65°C, por um período de 1 minuto;
- iii. agitação da mistura obtida na etapa b) em agitador de tubos por um período que varia entre 2 e 5 minutos;
- iv. obtenção de gorduras estruturadas a partir da cristalização do óleo de palma com os cristais de gordura microencapsulados em temperatura ambiente que varia entre 20°C e 25°C.

[0062] Observação: para efeitos comparativos foi realizado experimento envolvendo a adição somente de OTHS fundido. A adição do OTHS fundido foi feita na etapa a).

[0063] Sendo que:

- Os cristais de gordura microencapsulados utilizados para obtenção das gorduras estruturadas compreendem material de parede em quantidades percentuais entre 40, 55 e 70%, e material de recheio em quantidades percentuais de 30, 45 e 60%;

- O produto obtido através do processo acima utilizou quantidades percentuais sob a quantidade em massa de óleo de palma de 3% de OTH dos cristais de gordura microencapsulados obtidos pelo primeiro processo descrito.

[0064] Ademais, a presente invenção se refere a um processo para obtenção de emulsões estruturadas, produtos alimentícios, que compreende o emprego dos cristais de gordura microencapsulados proporcionados na presente invenção e as seguintes etapas:

- a) fusão de óleo de palma em banho-maria sob temperatura que varia entre 60°C e 70°C, sendo preferencialmente 65°C e mantido nesta condição;
- b) adição de lecitina de soja (HLB 4) em uma quantidade que varia entre 0,90% e 1,10%, sendo preferencialmente 1,00% ao óleo de palma obtido na etapa a);
- c) aquecimento de água sob uma temperatura que varia entre 45°C e 65°C, sendo preferencialmente 60°C e mantida nestas condições;
- d) adição de cristais de gordura microencapsulados obtidos no primeiro processo à água obtida na etapa c);
- e) adição da mistura obtida na etapa d) ao óleo obtido na etapa b) e homogeneização sob aquecimento a uma temperatura entre 60°C e 70°C, sendo preferencialmente 65°C, e sob agitação que varia entre 18.000 e 22.000 rpm, sendo preferencialmente 20.000 rpm por um período de 5 minutos, obtendo-se uma emulsão;
- f) cristalização da emulsão obtida na etapa e) em reator encamisado sob uma temperatura que varia entre 23°C e 27°C, sendo preferencialmente 25°C, com taxa de resfriamento de 4 a 5 °C/minuto, sendo preferencialmente de 4,5 °C/minuto, sob agitação lenta que varia entre 120 e 150 rpm, sendo preferencialmente 140 rpm;
- g) cristalização estática em condições de temperatura que varia entre 2 e 8°C, sendo preferencialmente de 5°C por 2 dias.

[0065] Observação: para efeitos comparativos foram realizados dois experimentos envolvendo a adição somente de OTHs fundido e outra

situação a adição de OTHs micronizado (formato esférico com tamanho de partícula próximo à 600 μ m). Em relação ao procedimento de aplicação destes materiais, a adição do OTHs derretido foi feita na etapa b), e a adição do OTHs micronizado foi feito na etapa c), como descrito para cristais de gordura microencapsulados.

[0066] Ainda, a presente invenção se refere a um processo para obtenção de sistemas estruturados a partir da cristalização de óleo de palma puro e açúcar que compreende o emprego dos cristais de gordura microencapsulados e as seguintes etapas:

- a) fusão de óleo de palma em banho-maria sob temperatura que varia entre 55°C e 65°C, sendo preferencialmente 60°C;
- b) mistura de açúcar com cristais de gordura microencapsulados obtidos no primeiro processo em agitação magnética que varia entre 50 e 100 rpm, sendo preferencialmente 70 rpm;
- c) adição da mistura obtida na etapa b) ao óleo de palma obtido na etapa a) e aquecimento em uma temperatura que varia entre 60°C e 70°C, sendo preferencialmente 65°C, sob agitação que varia entre 120 e 200 rpm, sendo preferencialmente 180 rpm, por um período de 3 a 7min, sendo preferencialmente durante 5 minutos;
- d) cristalização da mistura obtida na etapa c) em reator encamisado sob temperatura que varia entre 24°C e 26°C, sendo preferencialmente 25°C, com taxa de resfriamento de 5 a 7 °C/minuto, sendo preferencialmente de 6 °C/minuto, sob agitação lenta que varia entre 120 e 200 rpm, sendo preferencialmente 180 rpm;
- e) cristalização estática em condições de temperatura que varia entre 2°C e 8°C, sendo preferencialmente de 5°C por um período de até 30 minutos.

[0067] Observação: para efeitos comparativos foram realizados dois experimentos envolvendo a adição somente de OTHs fundido e outra situação a adição de OTHs micronizado (formato esférico com tamanho de partícula próximo a 600µm). Em relação ao procedimento de aplicação destes materiais, a adição do OTHs fundido foi feita na etapa a) e a adição do OTHs micronizado foi feito na etapa b), como descrito para cristais de gordura microencapsulados.

[0068] Os produtos obtidos através dos métodos para obtenção de emulsões estruturadas e sistemas estruturados utilizaram quantidades percentuais sob a quantidade em massa de óleo de palma de 3% de OTH dos cristais de gordura microencapsulados obtidos pelo primeiro processo aqui descrito.

[0069] Os cristais de gordura microencapsulados utilizados para obtenção das emulsões estruturadas compreendem material de parede em quantidades percentuais entre 40 e 70%, sendo preferencialmente 55%, e material de recheio em quantidades percentuais de 30 e 60%, sendo preferencialmente 45%.

[0070] As emulsões estruturadas aqui definidas compreendem quantidades percentuais de óleo de palma que variam entre 30% e 80%, sendo preferencialmente 60%, de água que varia entre 20% e 70%, sendo preferencialmente 40% e de lecitina de soja que varia entre 0,5% e 1,5%, sendo preferencialmente 1,0%.

[0071] Os cristais de gordura microencapsulados utilizados para obtenção dos sistemas estruturados aqui descritos compreendem material de parede em quantidades percentuais que variam entre 40% e 70%, sendo preferencialmente 70%, e material de recheio em quantidades percentuais que variam entre 30% e 60%, sendo preferencialmente 30%.

[0072] Os sistemas estruturados aqui definidos compreendem quantidades percentuais de óleo de palma que variam entre 40% e 60%,

sendo preferencialmente 50%, e açúcar numa quantidade que varia entre 40% e 60%, sendo preferencialmente 50 %.

[0073] Para melhor compreensão da tecnologia, os objetos da presente invenção são descritos em mais detalhes a seguir.

Processo para obtenção de cristais de gorduras microencapsulados

[0074] A emulsão para produção dos cristais de gordura microencapsulados obtida na etapa d) já descrita compreende uma fase aquosa compreendendo 23% de material de parede disperso e 0,6% de lecitina de soja HLB 9 (sob emulsão total). As proporções preferenciais entre material de parede e material de recheio são 70:30, 55:45 e 40:60, considerando os cristais de gordura microencapsulados finais. A homogeneização da emulsão foi realizada em homogeneizador ultraturrax TP a uma agitação constante de 20.000 rpm durante 5 minutos. A temperatura foi mantida em 70°C, em todas as etapas. Esta emulsão pronta mantida em 70°C e sob agitação de 120 rpm, foi submetida ao processo de secagem no *Spray Dryer*, onde ocorreu a evaporação da água e formação das micropartículas - cristais de gordura microencapsulados.

[0075] Os materiais de parede preferenciais utilizados na presente invenção compreendem amido de milho modificado (OSA) e maltodextrina.

[0076] Os materiais de recheio preferenciais utilizados na presente invenção compreendem óleos totalmente hidrogenados de soja e de palma.

[0077] Os pontos críticos deste processo consistem em manter a emulsão obtida na etapa d) estável até a finalização da passagem pelo *Spray Dryer*, justificada pelo uso de lecitina de soja, manutenção do sistema todo de abastecimento do *Spray Dryer* sob agitação e aquecido a 70 °C para não ocorrer a cristalização do material de recheio antes do

processo de atomização no *Spray Dryer*. Isto pode gerar muitos problemas de entupimento do bico injetor e não uniformidade das gotículas de material de recheio dispersas na matriz.

[0078] As condições de processo do *Spray Dryer* variam de acordo com o tamanho da câmara e fluxo de produto. As condições utilizadas foram de temperatura do ar de entrada variando entre 130°C a 180°C, sendo preferencialmente 130°C, temperatura do ar de saída de 70°C a 100°C, preferencialmente de 80°C e vazão de alimentação de 6 a 23 mL/min.

[0079] Após a passagem pela câmara aquecida as micropartículas secas são carregadas pelo ar e encaminhadas para o coletor do equipamento.

Aplicações dos cristais de gordura microencapsulados

[0080] A gama de produtos alimentícios é ampla e inúmeros são os produtos que possuem base lipídica em sua composição como sorvetes, margarinas, massas, produtos de confeitaria, bebidas lácteas, molhos, dentre outros. As bases lipídicas estão em constante desenvolvimento para cada vez mais se aprimorarem e atenderem às características específicas de cada produto, principalmente em relação às características estruturais, organolépticas e nutricionais.

[0081] Uma das funções da gordura nos produtos alimentícios é promover estrutura ao produto final obtida através das propriedades de cristalização da gordura e pelo processo pelo qual o produto é submetido. Na produção de margarinas (emulsões estruturadas) e gorduras para uso geral (gorduras estruturadas) a taxa de resfriamento, agitação e o grau de super-resfriamento controlam a taxa do crescimento de cristais e assim o tamanho dos cristais e dos aglomerados que irão afetar na textura e propriedades físicas dos produtos finais como textura, consistência, brilho e sabor.

[0082] As gorduras com alto teor de ácidos graxos *trans* foram por muito tempo uma grande solução em relação à modulação da cristalização de gorduras, porém a gordura *trans* está banida do mercado por efeitos maléficos à saúde humana. Com a restrição de uso destas gorduras, o mercado de produtos à base de gorduras (produtos de panificação, confeitaria, margarinas, sorvetes e *shortening*) tem inúmeros desafios para obter produtos com as mesmas características físicas.

[0083] Uma das novas tecnologias utilizadas para modulação de gordura é a sementeira (*seeding*) com materiais de ponto de fusão alto. A aplicação de sementes de cristalização na indústria já tem sido utilizada e explorada para acertos de cristalização e estruturação de gorduras e podem ser desde óleo totalmente hidrogenado (OTH) em diversas formas (fundido ou micronizado) como materiais lipídicos específicos do tipo triacilgliceróis puros e emulsificante. A utilização destas sementes de cristalização microencapsuladas (cristais de gordura microencapsulados) compostas de material de recheio hidrofóbico e material de parede hidrofílico pode ampliar a aplicabilidade, pois a hidrofobicidade balanceada das micropartículas facilita a dispersão do material de recheio em meios hidrofílicos, além de poderem atuar como estabilizantes das emulsões.

[0084] Os cristais de gordura microencapsulados produzidos com tamanho médio de 7 a 11 μm possuem material de recheio de menor tamanho disperso em sua matriz de material de parede. Portanto, cristais de OTH dispersos são de tamanhos muito inferiores a isto se aproximando do tamanho dos primeiros cristais de uma gordura. No momento da dispersão dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção, a liberação do recheio ocorre e induz a cristalização do meio mais rapidamente, atuando como semente de cristalização.

[0085] A presença do material de parede dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção, ao se misturar com os meios

aplicados e a forma de liberação do material de recheio, proporcionou além da alteração do comportamento de cristalização da gordura, a formação de uma rede cristalina específica conseguindo auxiliar na estabilidade de emulsões (meios hidrofílicos) e redução de exsudação de óleo (meios hidrofóbicos).

[0086] A função carreadora dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção é devido à presença do material de parede que auxilia na dispersão aos diferentes meios. Por seu caráter hidrofílico, os cristais de gordura microencapsulados da presente invenção se tornam hidrofílicos e hidrofóbicos e proporcionam a dispersão e não a aglomeração das partículas de OTH (material de recheio).

Caracterização dos cristais de gordura microencapsulados / testes / experimentos

[0087] A caracterização dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção abrange a umidade menor que 4%, eficiência de encapsulação de 62 a 89,6%, solubilidade em óleo melhor para os cristais de gordura microencapsulados com material de parede amido de milho modificado e molhabilidade (dispersão em água) melhor para os cristais de gordura microencapsulados produzidos com material de parede maltodextrina. Em relação ao tamanho das partículas, os cristais de gordura microencapsulados apresentaram distribuição unimodal, como pode ser visto a partir da figura 1, com valores médios entre 7,76 e 10,52 μ .

[0088] Os óleos e gorduras são polimórficos e os três tipos de polimorfos mais comuns presentes são as formas α , β' e β . A forma α é a mais instável, se transformando facilmente na forma β' (cristais pequenos) ou na forma β mais estável (cristais maiores, proporcionam arenosidade a gordura), dependendo do tratamento térmico. Cada tipo de cristal tem uma funcionalidade específica dependendo da aplicação, alterando as características de textura, sabor e aparência. A forma

polimórfica pode ser controlada pela origem da matéria prima lipídica e pela condição de cristalização. Óleo de soja possui forma polimórfica característica do tipo β e óleo de palma do tipo β' . Os valores de *short spacing*, obtidos nos difratogramas, para a forma polimorfa α é 0,415 nm, para β' dois valores de 0,38 e 0,42 nm e para a forma β um pico forte em 0,46 nm e um próximo em 0,38 nm (de MAN, 1992).

[0089] O polimorfismo foi mantido como característico ao material de recheio lipídico (OTH), sendo as micropartículas produzidas com OTH de soja a forma β e as produzidas com OTH de palma a forma β' , conforme ilustrado na figura 2, onde mostram o perfil característico de polimorfismo β para os cristais de gordura microencapsulados com OTH de soja (Figura 3A a 3F) e polimorfismo β' com OTH de palma (Figura 3G e 3H).

[0090] Os aspectos morfológicos dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção seguiram a forma esférica e esponjosa, características de micropartículas produzidas por *Spray Dryer*.

[0091] As aplicações destes cristais de gordura microencapsulados da presente invenção em óleo de palma, conforme processo de obtenção de gordura estruturada já descrito, apresentam a ação de semeadura através dos valores de temperatura de fusão maiores que óleo de palma puro com a mesma quantidade de 4% de sólidos, como ilustrado na figura 4, indicando o aumento de consistência em mesma temperatura. A figura 5 ilustra a aceleração do início da cristalização com a presença dos cristais de gordura microencapsulados, indicando uma vantagem tecnológica do uso destas semeaduras, pois a cristalização lenta tem grandes desvantagens industriais como o aumento do tempo de processo e gastos de energia além de prejuízos a qualidade de produto final.

[0092] Na Tabela 1 abaixo estão apresentados os dados dos eventos de cristalização das gorduras estruturadas com a adição de cristais de gordura microencapsulados da presente invenção

comparativamente com o óleo de palma puro (MO). Avaliando os valores de temperatura de início e de pico de cristalização dos eventos de cristalização obtidos através do DSC, ocorreu um aumento destas temperaturas indicando uma resistência maior à fusão das gorduras estruturadas.

Tabela 1. Dados de temperatura de início de cristalização (T_{ic}), Temperatura de pico de cristalização (T_{picoc}) obtidos nos eventos de cristalização das misturas de óleo de palma com os cristais de gordura microencapsulados.

Mistura	T_{ic} (°C)	T_{picoc} (°C)
MO	23,79	21,14
MMPSA 30	28,03	21,87
MMPSM 30	28,02	22,27
MMPSA 45	26,96	23,07
MMPSM 45	27,03	21,81
MMPSA 60	27,96	24,58
MMPSM 60	26,08	21,89
MMPPA 30	26,58	21,89
MMPPM 30	25,91	21,65

[0093] Nas aplicações dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção em sistema hidrofóbico (sistemas estruturados) conforme processo para obtenção de sistema estruturado já descrito, foi possível verificar a o incremento na textura, consistência maior, conforme ilustrado na figura 6. E além da melhora da textura, como demonstrado na

Tabela 2 abaixo, foi possível observar a redução de exsudação de óleo com adição de cristais de gordura microencapsulados.

Tabela 2: Resultados obtidos após processo de ciclização térmica dos sistemas estruturados (2 dias a 25°C, 5 dias a 40°C e 2 dias a 25°C)

Sistemas estruturados	Após 5 dias a 40°C	Final do processo de ciclização térmica		
		Óleo exsudado – brilho	Coloração amarelada	Óleo exsudado – brilho
SMOP	++++	Sim	++++	Sim
SMMPSA 30	+	Não	+	Não

++++: coloração muito amarelada, +: coloração branca

SMOP: sistema estruturado sem cristais de gordura microencapsulados;
SMMPSA 30: sistema estruturado com cristais de gordura microencapsulados de OTHS (30%) e amido de milho –OSA.

[0094] Os eventos de cristalização dos sistemas estruturados apresentados na Figura 7 demonstram uma temperatura de início de cristalização do primeiro pico maior para o sistema estruturado com cristais de gorduras microencapsulados da presente invenção (SMMPSA 30) do que para o sistema estruturado sem os cristais (SMOP), indicando o efeito de sementeira pela aceleração da cristalização.

[0095] A estrutura da rede cristalina formada nos sistemas estruturados pode ser observada através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) ilustrada na figura 8. A estrutura do sistema estruturado com cristais de gordura microencapsulados da presente invenção apresentou uma característica mais homogênea e compacta que o

sistema estruturado sem os cristais, de acordo com os dados de consistência e de exsudação de óleo.

[0096] Nas aplicações em emulsões estruturadas, conforme processo para obtenção de emulsões estruturadas já descrito, foi possível verificar o incremento na textura, consistências maiores, como ilustrado na figura 9, com adição de cristais de gordura microencapsulados.

[0097] A estabilidade das emulsões estruturadas foi avaliada através de ciclições térmicas submetidas às emulsões, considerando cada ciclo o armazenamento a uma temperatura de 5°C por um período de 16h e uma temperatura de 35°C por um período de 8h. As emulsões com cristais de gordura microencapsulados aplicados suportaram 6 a 9 ciclos sem separação de fases enquanto a emulsão padrão sem cristais de gordura microencapsulados suportou apenas 1 ciclo. Em outra avaliação de estabilidade térmica, as emulsões foram submetidas à temperatura de 35°C e foi analisado a cada 24h (1 dia) a estabilidade das emulsões. As emulsões com cristais de gordura microencapsulados suportaram de 8 a 12 dias e a emulsão padrão sem cristais de gordura microencapsulados separou após 1 dia.

[0098] Para confirmar a manutenção do polimorfismo do tipo β' do óleo de palma, desejável para produtos emulsionados, foi realizada a análise de difração de raio X e os difratogramas apresentados na figura 10. Mesmo com a adição dos cristais de gordura microencapsulados da presente invenção foi mantido o polimorfismo β' do óleo de palma.

[0099] A microscopia de luz polarizada, conforme figura 11, foi utilizada para auxiliar na compreensão da rede cristalina formada. A rede cristalina formada nas emulsões estruturadas com cristais de gordura microencapsulados da presente invenção apresentou característica mais homogênea e com maior quantidade de cristais presentes do que a emulsão estruturada sem os cristais de gordura microencapsulados,

confirmando os resultados obtidos de consistência e de estabilidade de emulsão.

[0100] Os cristais de gordura microencapsulados da presente invenção obtiveram eficiência de encapsulação de 62 a 89,6% e tamanho de partícula de 7,76 a 10,52 μ m. Foram aplicadas na proporção de 3% da gordura em óleo de palma (OP) puro, em sistema estruturado (50% de OP/50% de açúcar) e em emulsão estruturada (57% de OP/ 42% de água/ 1% de lecitina de soja). Os efeitos de sementeira foram notados nas isotermas de cristalização, temperatura de fusão com 4% de sólidos, textura, eventos de cristalização e microscopias de luz polarizada e eletrônica de varredura. A sementeira acelerou a cristalização e aumentou a temperatura de fusão do óleo de palma. Nos meios aplicados, além do aumento da textura reduziu a exsudação de óleo e aumentou a estabilidade da emulsão.

[0101] A invenção aqui descrita não está limitada a essas concretizações e, aqueles com habilidade na técnica irão perceber que, qualquer característica particular nela introduzida, deve ser entendida apenas como algo que foi descrito para facilitar a compreensão e não podem ser realizadas sem se afastar do conceito inventivo descrito. As características limitantes do objeto da presente invenção estão relacionadas às reivindicações que fazem parte do presente relatório.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo de obtenção de cristais de gordura microencapsulados **caracterizado pelo** fato de que compreende as seguintes etapas:

- a) homogeneização de um material de parede selecionado dentre maltodextrina e amido modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico), dito material de parede disperso em água com um material de recheio selecionado óleo totalmente hidrogenado de palma e óleo totalmente hidrogenado de soja;
- b) adição de um estabilizante de emulsão selecionado de lecitina de soja com alto HBL;
- c) obtenção de uma emulsão; e
- d) atomização da emulsão obtida na etapa c) é spray dryer.

2. Cristais de gordura microencapsulados **caracterizados por** serem obtidos pelo processo definido na reivindicação 1, compreenderem uma quantidade que varia de 40% a 70% de material de parede em relação à massa total dos cristais; uma quantidade que varia de 30% a 70% de material de recheio em relação à massa total dos cristais; e, apresentarem tamanho de partícula máximo de 150 µm.

3. Uso de cristais de gordura microencapsulados, conforme definido na reivindicação 2, **caracterizado pelo** fato de serem utilizados:

- preparação de produtos alimentícios, cosméticos e farmacêuticos;
- preparação de gordura estruturada, emulsão estruturada ou sistema estruturado;
- na cristalização de óleos e gorduras;
- como moduladores ou sementes de cristalização.
- como estabilizantes de emulsões estruturadas e redutores de exsudação de óleo em sistemas estruturados;
- sistemas lipídicos hidrofóbicos, com ou sem presença de outros cristais; e
- sistemas lipídicos hidrofílicos.

4. Processo de obtenção de cristais de gordura microencapsulados **caracterizado pelo** fato de que compreende as seguintes etapas:

- a) Dispersão de pelo menos um material de parede em água sob temperatura que varia entre 65°C e 75°C, sob agitação mecânica até obtenção de completa dissolução, sendo que o referido material de parede é selecionado dentre maltodextrina e amido modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico);
- b) Dissolução completa de pelo menos um material de recheio (fase oleosa) mantido aquecido sob uma faixa de temperatura compreendida entre 65°C e 75°C, até atingir fusão total, sendo que o dito material de recheio selecionado óleo totalmente hidrogenado de palma e óleo totalmente hidrogenado de soja;
- c) Adição de lecitina de soja (HLB 9) em uma quantidade que varia entre 0,3% e 0,6% à dispersão de material de parede obtido na etapa a), obtendo-se uma solução;
- d) Adição da solução da etapa c) à dissolução obtida na etapa b) e homogeneização compreendida na faixa de 18.000 rpm a 22.000 rpm, por um período compreendido na faixa de 3 min a 7 min, sob aquecimento em uma faixa de temperatura compreendida entre 65°C e 75°C, obtendo-se uma emulsão;
- e) Atomização da emulsão obtida na etapa d) é spray dryer; e
- f) Obtenção de cristais de gordura microencapsulados.

5. Cristais de gordura microencapsulados **caracterizados pelo** fato de serem obtidos pelo processo descrito na reivindicação 4 e compreenderem:

- uma quantidade que varia de 40% a 70% de material de parede, baseando-se na massa total dos referidos cristais, sendo que o referido material de parede é selecionado dentre derivado de polissacarídeos dos grupos de amidos (milho, mandioca), açúcares (maltodextrinas, dextroses) e proteínas lácteas; e
- um material de recheio selecionado dentre óleos totalmente hidrogenado e materiais lipídicos de alto ponto de fusão e a mistura dos mesmos ou gorduras de alto ponto de fusão originadas dos processos de interesterificação com óleos vegetais refinados, hidrogenação ou fracionamento.

6. Cristais de gordura microencapsulados, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizados pelo** fato de compreenderem:

- uma quantidade que varia de 40% a 70% de material de parede selecionado dentre maltodextrina e amido modificado do tipo OSA (anidrido n-octenil succínico); e
- um material de recheio selecionado dentre é selecionado, dentre óleo totalmente hidrogenado de palma e óleo totalmente hidrogenado de soja.

7. Cristais de gordura microencapsulados, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizados pelo** fato de apresentarem tamanho de partícula máximo de 150 μm e propriedades baixas de aglomeração entre eles para facilitar a dispersão ao meio.

8. Uso de cristais de gordura microencapsulados, conforme descrito nas reivindicações de 5 a 7, **caracterizado pelo** fato de serem utilizados:

- na cristalização de óleos e gorduras;
- moduladores ou sementes de cristalização;
- como estabilizantes de emulsões estruturadas e redutores de exsudação de óleo em sistemas estruturados;
- sistemas lipídicos hidrofóbicos, com ou sem presença de outros cristais; e
- sistemas lipídicos hidrofílicos.

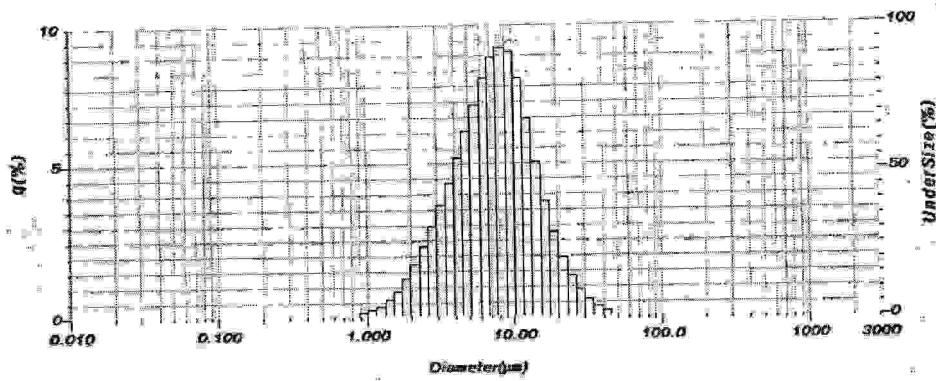


FIGURA 1

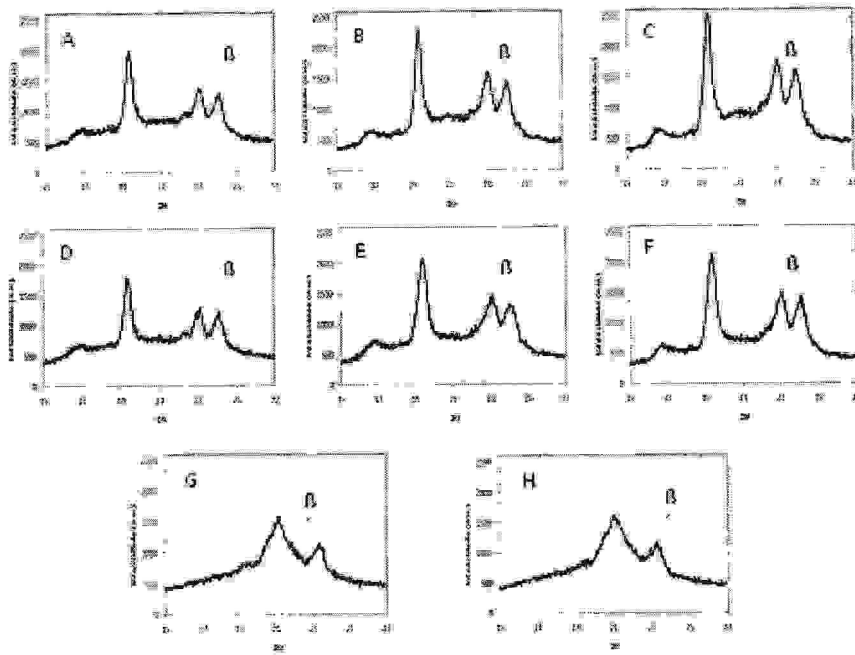
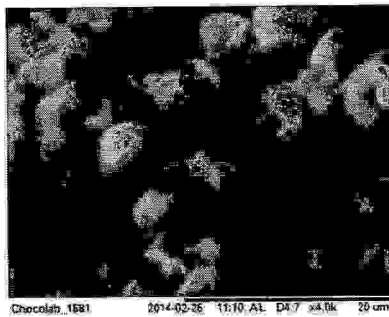
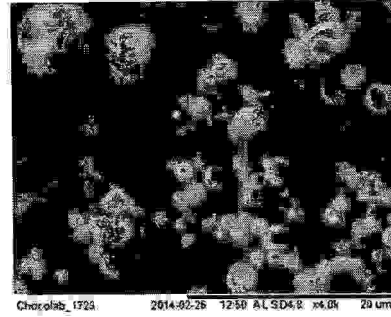


FIGURA 2



MPSA 45



MPSM45

Figura 3

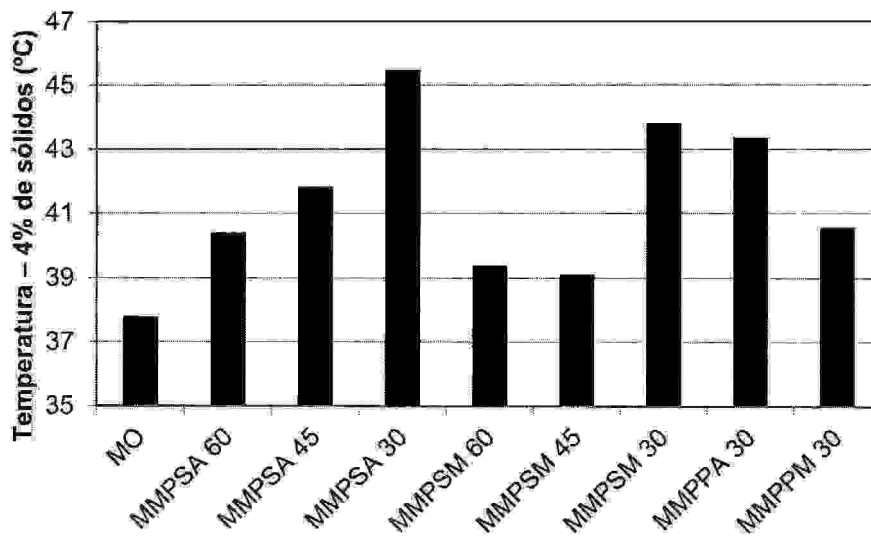


FIGURA 4

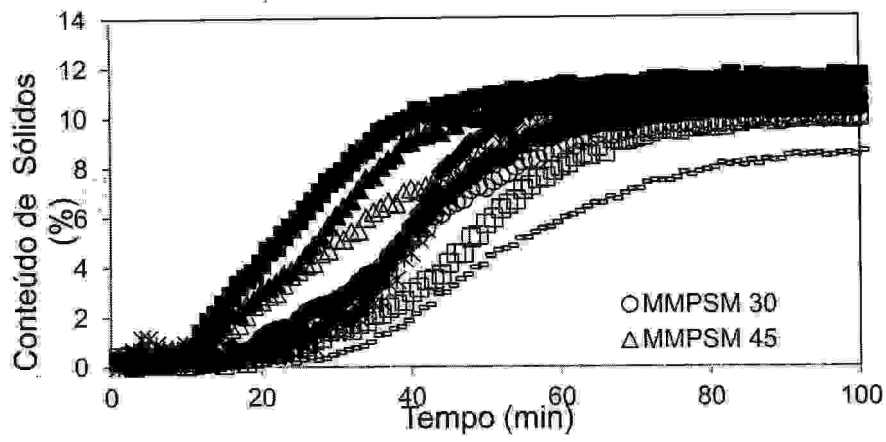


FIGURA 5

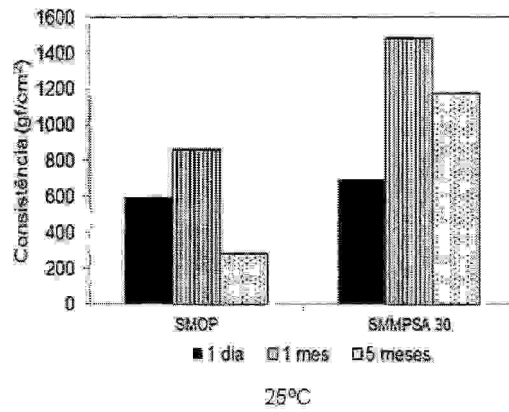


FIGURA 6A

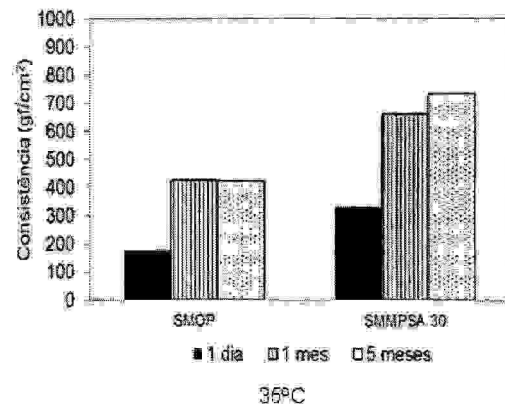


FIGURA 6B

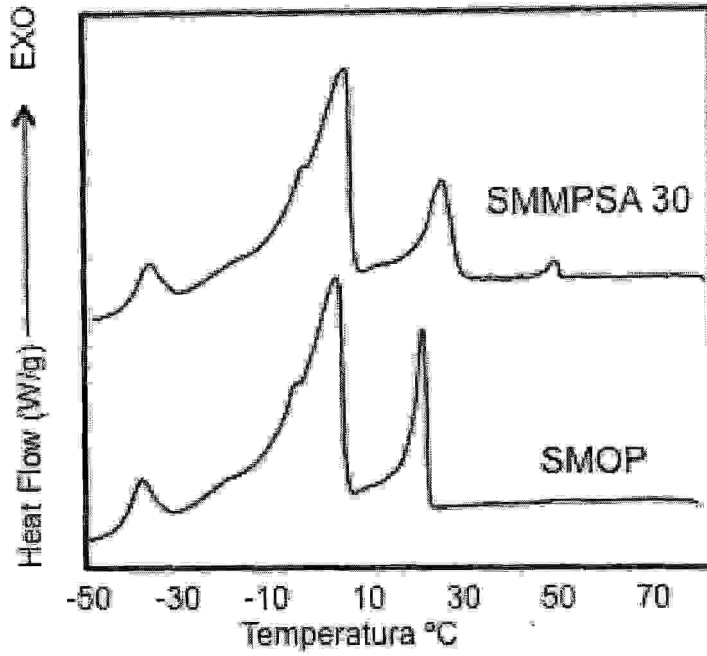


FIGURA 7

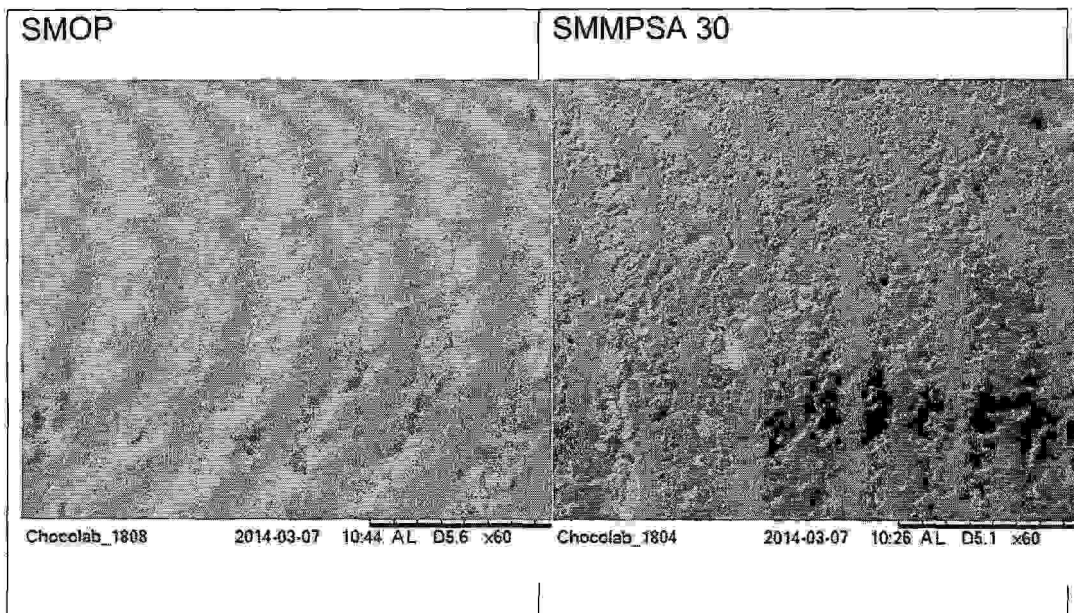


FIGURA 8A

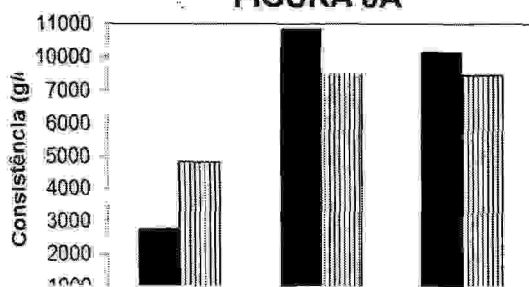


FIGURA 8B

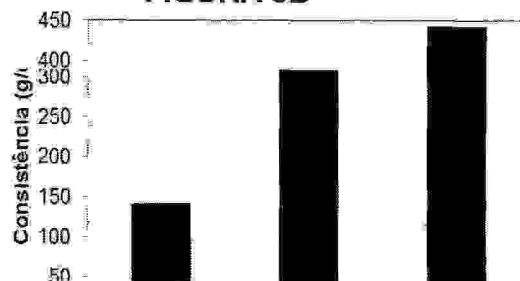


FIGURA 9A

FIGURA 9B

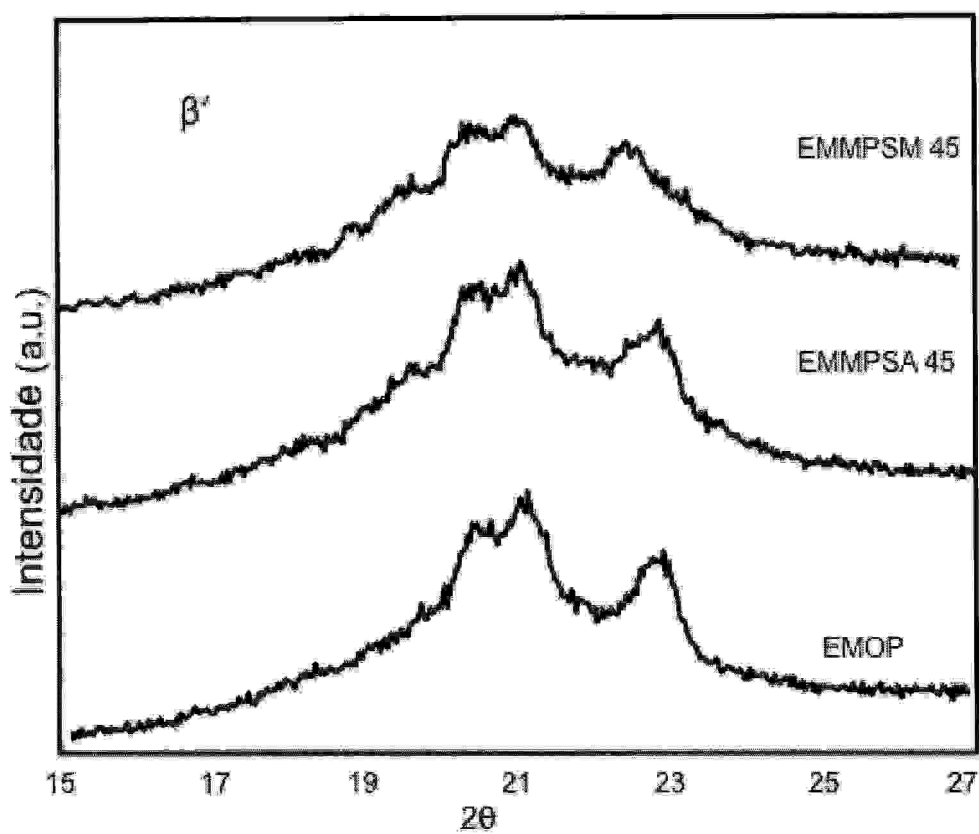


FIGURA 10

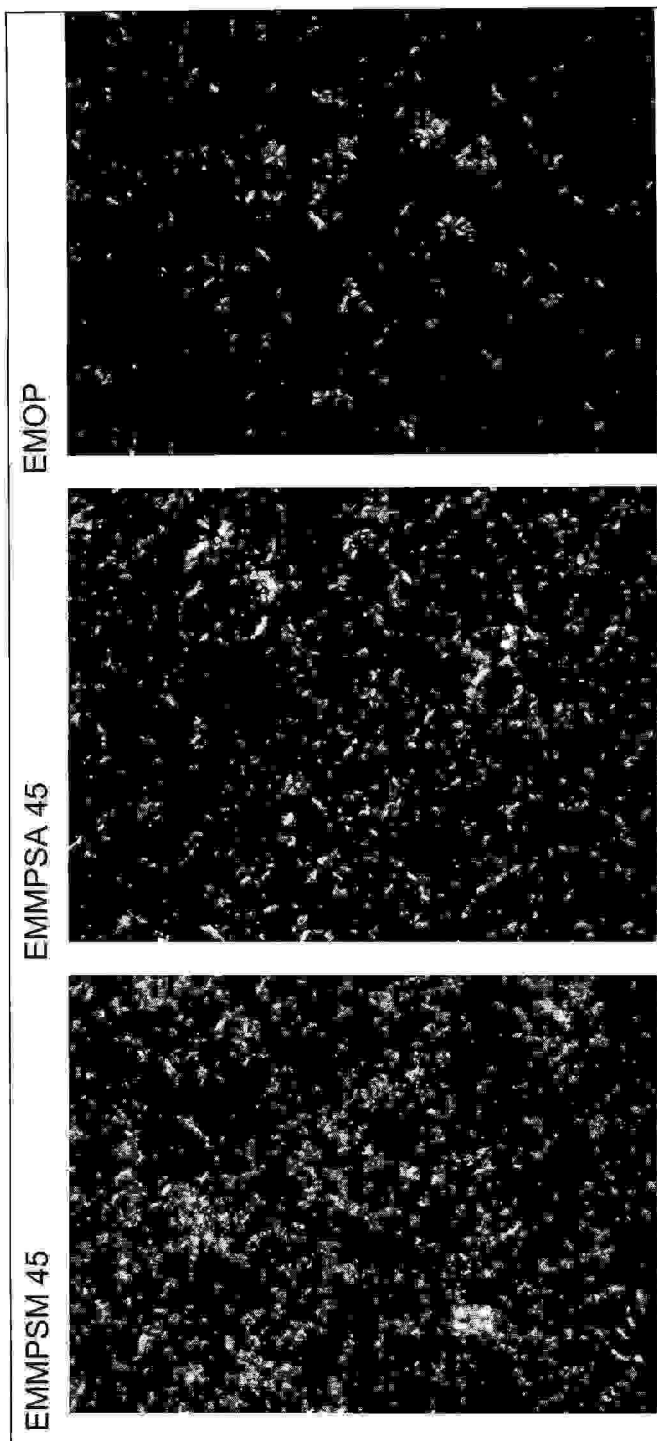


Figura 11