

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 201992819 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2020.04.20

(51) Int. Cl. A23D 7/00 (2006.01)  
A23D 7/01 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
2018.04.10

---

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПИЩЕВЫХ ЭМУЛЬСИЙ С НЕПРЕРЫВНОЙ МАСЛЯНОЙ  
ФАЗОЙ

---

(31) 17174783.5

(32) 2017.06.07

(33) EP

(86) PCT/EP2018/059168

(87) WO 2018/224203 2018.12.13

(71) Заявитель:  
АПФИЛД ЮРОП Б.В. (NL)

(72) Изобретатель:

Ван Малссен Кес Фредерик, Мэус  
Фредерик Михель, Потман Рональд  
Петер (NL)

(74) Представитель:  
Фелицына С.Б. (RU)

---

(57) Способ получения пищевых эмульсий с непрерывной масляной фазой путём смешивания суспензий кристаллов твёрдого жира в масле с водной фазой с образованием эмульсии и последующего добавления расплавленного твёрдого жира. В частности, эмульсии с непрерывной масляной фазой представляют собой спреды или маргарины.

---

A1

201992819

201992819

A1

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПИЩЕВЫХ ЭМУЛЬСИЙ С НЕПРЕРЫВНОЙ МАСЛЯНОЙ ФАЗОЙ

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к способу получения пищевых эмульсий с непрерывной масляной фазой путём смешивания суспензий кристаллов твёрдого жира в масле с водной фазой с образованием эмульсии и последующего добавления расплавленного твёрдого жира. В частности, эмульсии с непрерывной масляной фазой представляют собой спреды или маргарины.

Предпосылки создания изобретения

Пищевые эмульсии типа вода-в-масле, которые содержат непрерывную масляную фазу и диспергированную водную фазу, хорошо известны и представляют собой, например, маргарины.

Жировая фаза маргарина и подобных ему эмульсий вода-в-масле в типичных случаях представляет собой смесь жидкого масла (т.е. жира, который является жидким при температуре окружающей среды) и жира, который является твёрдым при температурах окружающей среды. Твёрдый жир, называемый также структурирующим жиром или (англ.) хардсток (т.е. твёрдый жир), служит для структурирования жировой фазы и помогает стабилизировать водную фазу (например, в виде капель) за счёт образования кристаллической решётки жира. В идеальном случае структурирующий жир должен обладать способностью плавиться или растворяться при температуре ротовой полости, в противном случае продукт может создавать во рту неприятное тяжёлое послевкусие и/или восковой привкус.

Маргарин в большинстве случаев определяется как композиция, содержащая по меньшей мере 80 мас.% жира и около 20 мас.% водной фазы. В отличие от него, (способные к намазыванию) эмульсии, содержащие менее 80 мас.% жира, обычно называются спредами. В настоящее время термины 'маргарин' и 'спред' иногда употребляются взаимозаменяемо, хотя в некоторых странах коммерческое употребление термина 'маргарин' подпадает под определённые нормативные требования.

На рынке маргарин обычно реализуется как один из трёх основных типов эмульсии вода-в-масле:

- твёрдый или брусковый маргарин (сюда включают также и маргарин в обёртке);
- (обычно более мягкий) маргарин в тубах (в типичных случаях называемый "спредом") и
- жидкий или текучий маргарин.

Маргарины в обёртке и маргарины в тубах не являются текучими и обычно содержат более высокое количество твёрдого жира, чем жидкие и текучие маргарины.

Общепринятый способ производства эмульсий вода-в-масле с использованием вотатора или путём сбивания включает следующие стадии:

- 1) смешивание жидкого масла, твёрдого жира и водной фазы при температуре, при которой твёрдый жир однозначно является жидким;
- 2) охлаждение смеси при высоком сдвиговом усилии для инициирования кристаллизации твёрдого жира для создания эмульсии;
- 3) формирование кристаллической решётки жира для стабилизации результирующей эмульсии и придания продукту определённой степени твёрдости;
- 4) модификация кристаллической решётки для достижения требуемой твёрдости, придания пластичности и уменьшения размера капель воды.

Эти стадии обычно проводятся в способе, который использует устройство, позволяющее осуществлять нагревание, охлаждение и механическую обработку ингредиентов, в таком как способ сбивания или с использованием вотатора. Способ сбивания или с использованием вотатора описан в Ullmann's Encyclopedia, 5-е издание, том А 16, стр. 156-158. Недостатком такого способа является то, что он требует нагревания и охлаждения всей рецептурной смеси, включающей, например, всё масло и всю воду. Это требует большого количества энергии. Смеси, содержащие молочный жир наряду с растительным жиром, как изложено выше, можно легко приготовить указанным способом с использованием вотатора, в котором масляный жир расплавляется и добавляется к общей смеси ингредиентов, поступающей затем на линию обработки.

Известен альтернативный способ с вотатором или сбивания способ производства маргаринов, который предусматривает использование порошкообразного жира, содержащего твёрдый жир (т.е. предварительно кристаллизованный жир) (WO 2005/014158). Порошкообразный жир, используемый в таком способе, известен также как ScMM-порошок (порошок, полученный сверхкритической микронизацией расплава) или PGSS (частицы из газонасыщенных растворов). Спреды могут изготавливаться смешиванием масла, жидкого при температуре окружающей среды или более низкой температуре, с порошкообразным жиром и водной фазой. Это позволяет преодолеть недостатки способа, требующего нагревания и охлаждения всей композиции в целом. При использовании микронизированного порошкообразного жира в качестве агента, структурирующего жир, в спредах с непрерывной жировой фазой требуется, как правило, соблюдение фиксированного соотношения порошкообразный жир : масло для достижения достаточного структурирования, что делает этот способ менее привлекательным для

высокожирных продуктов (например, жирностью 70-85%). К тому же, высокое количество ScMM-порошка жира в масле может приводить к образованию суспензий с очень высокой вязкостью, обработка которых может быть затруднительна.

Известен также альтернативный способ приготовления спредов, например, из GB1327511. Эта ссылка раскрывает способ приготовления низкокалорийных спредов путём смешивания первой жидкости (имеющей температуру по меньшей мере 28°C), которая состоит из жировой фазы, содержащей кристаллизующийся материал, со второй жидкостью (имеющей температуру максимум 8°C), которая в основном не содержит кристаллизующегося материала. По меньшей мере часть второй жидкости состоит из водной фазы и может также содержать масла, которые являются жидкими при 2°C. Обе жидкости подаются по отдельности в дозирующий насос высокого давления, обеспечивающий непрерывное дозирование жидкостей.

Спреды и маргарины хорошего качества и стабильности предпочтительно имеют размер капель D<sub>3,3</sub> менее 10 микрон, более предпочтительно – менее 9 микрон, наиболее предпочтительно – менее 8 микрон.

#### Сущность изобретения

Наблюдается стремление создать такой способ, который сделает возможным производство эмульсий с непрерывной масляной фазой (например, спредов), содержащих растительное масло и твёрдый жир, и который не будет иметь недостатков обработки в вотагоре (требующем нагревания и охлаждения всей композиции в целом). Отмечается также стремление к тому, чтобы такой способ обеспечивал получение эмульсий с высоким содержанием жира (70-85%) без необходимости использования чрезмерно высоких уровней микронизированного порошкообразного жира. Одновременно такие спреды должны будут иметь размер капель D<sub>3,3</sub> менее 10 микрон, более предпочтительно – менее 9 микрон, наиболее предпочтительно – менее 8 микрон.

Настоящим установлено, что вышеуказанные цели могут быть достигнуты, по меньшей мере частично, с помощью способа получения пищевой эмульсии с непрерывной жировой фазой, согласно которому эмульсия содержит 15-65 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, водной фазы и 35-85 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, жировой фазы, причём указанная жировая фаза содержит первый твёрдый жир, второй твёрдый жир и пищевое масло, при этом указанный способ включает стадии:

а) приготовления дисперсии, содержащей пищевое масло и кристаллы жира, путём смешивания от 65 до 98 мас.% (в пересчёте на массу дисперсии) пищевого масла и от 2 до 35 мас.% (в пересчёте на массу дисперсии) первого твёрдого жира, при этом кристаллы жира в дисперсии имеют среднюю толщину менее 50 нм при температуре от 15°C до 20°C

при измерении методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей;

b) обеспечения водной фазы при температуре от 0 до 25°C;

c) смешивания дисперсии, полученной на стадии (a), с водной фазой со стадии (b) с образованием эмульсии;

d) смешивания эмульсии, полученной на стадии (c), с 1-35 мас.%, в пересчёте на общую массу жировой фазы, указанного второго твёрдого жира, при этом второй твёрдый жир является жидким и имеет температуру от 30 до 80°C.

#### Раскрытие изобретения

Термин “(базовый) твёрдый жир (англ. *hardstock*)” относится к пищевому жиру, который является твёрдым при комнатной температуре. Твёрдый жир может включать два или более различных твёрдых жиров. Это касается как первого, так и второго твёрдого жира. Первый твёрдый жир и второй твёрдый жир могут быть одинаковыми или могут быть разными. В контексте описания комнатная температура – это температура 20°C.

Измерение средней толщины кристалла  $L$ , например, кристаллов жира в дисперсии на стадии (a) с помощью малоуглового рассеяния рентгеновских лучей проводилось по рентгено-дифракционному пику первого порядка отражения с большими межплоскостными расстояниями и определялось формулой Шеррера:

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

где:  $\theta$  – угол Брэгга,  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения в нанометрах,  $\beta$  – ширина линии (FWHM = ширина на полувысоте) пика в радианах с поправкой на инструментальное уширение и  $K$  – безразмерный коэффициент формы частиц. Для кристаллов жира принимается значение  $K$ , равное 0,9.

Содержание твёрдого жира (SFC) в описании обозначено показателем  $N$ , определение которого дано в “*Fette, Seifen, Anstrichmittel*” 80, 180-186 (1978). Применявшийся профиль стабилизации включал нагревание до температуры 80°C, выдержку масла в течение по меньшей мере 10 минут при 60°C или выше, поддержание масла/жира в течение 1 часа при 0°C, а затем 30 минут при температуре измерения.

Дисперсия жировых кристаллов в масле, как упоминалось выше при описании стадии (a), может быть приготовлена разными способами. Настоящее изобретение охватывает три варианта из них.

Один способ приготовления суспензии на вышеописанной стадии (a) – это способ, согласно которому дисперсию на стадии (a) получают смешиванием кристаллизованных частиц первого твёрдого жира с пищевым маслом, которое имеет температуру ниже 30°C. Кристаллизованные частицы такого первого твёрдого жира предпочтительно

представляют собой микронизированные жировые частицы, полученные сверхкритической микронизацией расплава первого твёрдого жира. Способ получения порошкообразного жира или жировых частиц сверхкритической микронизацией расплава также известен как способ PGSS; частицы из газонасыщенных растворов. Этот способ более подробно изложен в “Particle formation of ductile materials using the PGSS technology with supercritical carbon dioxide” [Получение частиц пластичных материалов по PGSS-технологии с применением сверхкритического диоксида углерода], P.Münüklü, Ph.D.Thesis, Delft University of Technology, 16-12-2005, chapter 4, pp. 41-51).

Второй способ приготовления суспензии на вышеописанной стадии (a) – это способ, согласно которому дисперсию на стадии (a) получают смешиванием первого твёрдого жира, который расплавлен и имеет температуру в диапазоне от 30°C до 80°C, с пищевым маслом с температурой от -10°C до 25°C при сдвиговом усилии, причём количества и температуры подбираются таким образом, чтобы температура дисперсии была ниже температуры плавления первого твёрдого жира. Температура первого твёрдого жира, который расплавлен, предпочтительно является по возможности низкой и зависит от температуры плавления твёрдого жира. Так, RP70 (рапсовое масло, отверждённое до температуры плавления примерно 70°C, будет требовать температуры, например, 70-80°C, в то время как фракции пальмового масла, имеющие температуру плавления от 30 до 35°C, предпочитается использовать при температуре, например, 35-45°C. Причиной этого является потребность в достаточной охлаждающей способности масла. Равным образом, в случае высокоплавких твёрдых жиров количество твёрдого жира должно быть низким по отношению к маслу, в то время как в случае низкоплавких твёрдых жиров количества твёрдого жира должны быть по возможности более высокими.

Третий способ получения дисперсии на стадии (a) предусматривает обеспечение смеси первого твёрдого жира с пищевым маслом при температуре, при которой вся смесь является жидкой, и последующее охлаждение указанной смеси до температуры от 0 до 25°C, предпочтительно такое охлаждение проводится в скребковом теплообменнике. Второй твёрдый жир добавляется в жидком виде. Поэтому температура расплавленного твёрдого жира должна быть такой, чтобы большая часть второго твёрдого жира была в расплавленном состоянии, но в то же время, чтобы указанная температура была как можно более низкой, поскольку, например, твёрдый жир при 90°C будет требовать слишком высокой охлаждающей способности от той эмульсии, к которой он добавляется. Таким образом, в настоящем изобретении в случае твёрдых жиров, которые традиционно используются, например, в производстве спредов, обычно предпочитается, чтобы температура расплавленного твёрдого жира на стадии (d) составляла от 30°C до 55°C,

более предпочтительно – от 35°C до 50°C, даже более предпочтительно – от 35°C до 45°C. Выше говорится, что второй твёрдый жир, который добавляется на стадии (d), является жидким, и поэтому бóльшая часть второго твёрдого жира расплавляется. Специалисту понятно, что незначительное количество второго твёрдого жира может быть в форме кристаллов, поскольку второй твёрдый жир легко поддаётся перекачке насосом и может смешиваться с эмульсией. “Незначительное (минорное) количество” в контексте описания следует понимать, что менее 20 мас.% второго твёрдого жира присутствует в форме кристаллов, предпочтительно – менее 10%, более предпочтительно – менее 5%.

В способе по изобретению предпочитается, чтобы после добавления второго твёрдого жира на стадии (d) полученная смесь подвергалась воздействию сдвигового усилия таким образом, чтобы температура смеси на выходе из сдвигового устройства была ниже 35°C, более предпочтительно – ниже 30°C, даже более предпочтительно – ниже 25°C, во избежание расплавления или растворения в масле слишком большого числа кристаллов твёрдого жира.

Способ по изобретению позволяет использовать твёрдые жиры разного состава (в качестве первого и второго твёрдых жиров), что расширяет возможности для производителя в плане определённых свойств продуктов (так, с учётом таких возможностей первый и второй твёрдые жиры имеют разный состав). Однако может быть предпочтительным, например, по причине упрощения, чтобы первый и второй твёрдые жиры имели одинаковый состав. Способ по изобретению допускает также включение растительных стеринов и растительных станолов (в том числе сложных эфиров таких стеринов и станолов) как часть, например, второго твёрдого жира. Это может служить удобным путём введения указанных компонентов. Так, может быть предпочтительным, чтобы второй твёрдый жир содержал от 10 до 100 мас.% (в пересчёте на массу второго твёрдого жира) стеринов, станолов либо сложных эфиров стеринов или станолов.

Что касается видов твёрдых жиров, то в настоящем изобретении предпочитается, чтобы первый твёрдый жир и второй твёрдый жир имели содержание твёрдых частиц по меньшей мере 50% при 20°C и по меньшей мере 25% при 30°C.

Способ по изобретению подходит для широкого диапазона уровней жира. Но изобретение пригодно, в частности, и для производства пищевых эмульсий, имеющих высокие уровни жира. Так, в настоящем изобретении предпочитается, чтобы эмульсия, полученная настоящим способом, содержала 20-55 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, водной фазы и 45-80 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, жировой фазы.

Для успешного проведения стадий способа (c) и (d) предпочитается, чтобы

дисперсия, полученная на стадии (а), содержала достаточно жировых кристаллов для того, чтобы, например, стабилизировать эмульсию. Так, в заявляемом способе предпочитается, чтобы дисперсия, приготовленная на стадии (а), перед стадией смешивания (с) имела количество твёрдых частиц (т.е. жировых кристаллов) от 1 до 25%.

В способе по изобретению стадия смешивания (с) с получением эмульсии может осуществляться любым подходящим способом смешивания, известным специалисту, для получения пищевых эмульсий с непрерывной масляной фазой, при этом достаточное внимание следует уделять тому, чтобы указанная операция смешивания не повышала чрезмерно температуру продукта, поскольку это может привести к расплавлению всех или части кристаллов первого твёрдого жира (и, следовательно, к потере стабилизирующей способности). Поэтому операция смешивания выбирается таким образом, чтобы стадия смешивания (с) осуществлялась с использованием сдвигового устройства, которое продуцирует эмульсию с размером капель воды  $D_{3,3}$  от 1 до 20 микрон, предпочтительно – от 2 до 15 микрон, более предпочтительно – от 2 до 10 микрон, и ещё чтобы температура эмульсии после указанной стадии смешивания была ниже 28°C. В типичных случаях подходящие стадии смешивания требуют значительного сдвига в комбинации с кратковременным пребыванием в условиях сдвига. Примером смесительного оборудования, подходящего для выполнения стадии (с) в настоящем способе, является жидкостный распределительный смеситель (FDM) от Maelstrom, подобный тому, какой описан в WO 02/38263, с концентрической системой ротор-статор, например, с 4-мя рядами полостей и в роторе, и в статоре. Полости в роторе и статоре такого оборудования предпочтительно представляют собой сферические сегменты, открытые как на вертикальных, так и на горизонтальных гранях. Ротор и статор имеют ступенчатую коническую форму, так что диаметр конуса увеличивается от входного к выходному отверстию (например, от примерно 50 до 150 мм). Такое оборудование коммерчески доступно от Maelstrom ([http:// www.maelstrom-apt.com/product-dc50/](http://www.maelstrom-apt.com/product-dc50/)).

#### Примеры

#### Методы

#### Распределение капель воды по размерам в В/М эмульсиях (вода-в-масле)

В описании метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР) употребляется общепринятая терминология. На основе этого метода можно определить параметры  $D_{3,3}$  и экспоненциальную функцию  $\exp(\sigma)$  логнормального (логарифмически нормального) распределения капель воды по размерам.  $D_{3,3}$  – это объёмно-взвешенный средний диаметр капель (в микронах, в настоящем случае) и  $e\sigma$  (е-сигма) – стандартное отклонение логарифма диаметра капель.



Сигнал ЯМР (высота эха) протонов воды в эмульсии вода-в-масле измеряется с помощью последовательности из 4-х радиочастотных импульсов в присутствии (высота эха E) и в отсутствие (высота эха E\*) двух импульсов градиента магнитного поля как функции мощности градиента. Протоны масла подавляются в первой части последовательности релаксационным фильтром. Отношение ( $R=E/E^*$ ) отражает степень ограничения трансляционной подвижности молекул воды в каплях воды и, следовательно, является мерой размерности капли воды. С помощью математической процедуры (которая использует логнормальное распределение капель воды по размерам) рассчитываются параметры распределения капель воды по размерам –  $D_{3,3}$  (объемно-взвешенный средний геометрический диаметр) и  $\sigma$  (ширина распределения). Используется магнит Bruker, создающий магнитное поле 0,47 Тесла (частота протонов 20 МГц) с воздушным зазором 25 мм (ЯМР-спектрометр Bruker Minispec MQ20 Grad, от Bruker Optik GmbH, Германия).

#### Показатель Стивенса

Показатель Стивенса указывает на твердость или прочность продуктов. Показатель Стивенса измерялся пенетрометром Стивенса (анализатор текстуры Brookfield LFRA (LFRA 1500) от Brookfield Engineering Labs, Великобритания), оборудованным зондом (из нержавеющей стали) диаметром 6,35 мм и работающим в режиме "normal" ("нормальный"). Температура образца: 5°C (такой образец обозначался как S5 до тех пор, пока не был измерен при другой температуре, например, 20°C в примере 3 и был обозначен уже как S20). Зонд вводился в продукт со скоростью 2 мм/с, усилие срабатывания 5 граммов с расстояния 10 мм. Требуемое усилие считывалось с цифрового дисплея и выражалось в граммах. Если не указано иное, то образцы находились в стандартной продуктовой трубке на 250 мл (120 x 80 x 45 мм (длина x ширина x высота)).

#### Измерение средней толщины кристаллов (АСТ) в жировой суспензии

Среднюю толщину кристаллов (АСТ) можно определить методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (SAXS). Используется полная ширина на половине максимума (на полувысоте) (FWHM) дифракционной линии первого порядка жировых кристаллов. Соответствующая SAXS-область в типичных случаях составляет от 7,0 до 3,5 нм ( $1,3 - 2,5^\circ 2\theta$  CuK $\alpha$ -излучение) в зависимости от вида жира и его полиморфной формы. Средняя толщина кристаллитов L рассчитывается с помощью формулы Шеррера:

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

где  $\theta$  и  $\lambda$  – соответственно угол Брэгга и длина волны рентгеновской дифракции в нанометрах;  $\beta$  – интенсивность пика при ширине линии на половине высоты (FWHM) в радианах с поправкой на инструментальное уширение. В измерениях K принят равным 0,9

[1].  $\lambda$  (CuK $\alpha$ ) составляет 0,154184. Для жировых систем угол  $\theta$  равен примерно  $1,1^\circ$ , так что  $\cos \theta = 1$  и им можно пренебречь.

#### Дифрактометр D8-Discover (SAXS-конфигурация)

Отбирали пробу приготовленной жировой суспензии и проводили измерения в течение 30 минут в условиях контроля температуры, чтобы она не превысила  $20^\circ\text{C}$  (в реальности образцы имели температуру от  $15$  до  $20^\circ\text{C}$ ). SAXS-диаграмму суспензии измеряли на рентгеновском порошковом дифрактометре D8 Discover (от Bruker) с GADDS (детекторная система для регистрации дифракции во всём диапазоне углов) в конфигурации  $\theta/\theta$ . Использовался медный анод, выбрано K $\alpha$ -излучение с длиной волны ( $\lambda$ ) 0,15418 нм. Измерения трансмиссии рентгеновского излучения проводили после соответствующего позиционирования источника рентгеновских лучей и 2D-детектора при  $2\theta=0^\circ$ . Пробы измеряли при  $5^\circ\text{C}$  с помощью температурного столика компании Linkam, время измерения составило 400 с. Пробы имели толщину 2,0 мм и были заключены в рентгеновскую майларовую (Mylar) плёнку в прободержателе указанного столика. В ходе измерений столик Linkam размещался на x,y,z-контроллере для перемещения прободержателя по осям, а насос для жидкого азота и нагревательный модуль – в кабинете.

Использувавшиеся инструментальные параметры SAXS (малоуглового рассеяния рентгеновских лучей) приведены в таблице 1.

Таблица 1. Инструментальные параметры D8 Discover (SAXS-конфигурация) для измерений порошка жира

|                                               | $2\theta$ ( $1 - 10^\circ$ ) |
|-----------------------------------------------|------------------------------|
| $\theta_1$                                    | 0,000                        |
| $\theta_2$                                    | 0,000                        |
| Генератор рентгеновского излучения (кВ / мкА) | 50 / 1000                    |
| Время (сек)                                   | 200                          |
| Коллиматор (мм)                               | 1,0                          |
| Расстояние до детектора (см)                  | 32,5                         |
| Трубчатый анод                                | Cu (медный)                  |

Одномерные рентгенодифрактограммы определялись из 2D-изображений с помощью программного обеспечения GADDS (версия 1,28). Полученные рентгенодифрактограммы вводились в Bruker EVA программное обеспечение (версия 12,0) и определялась полная ширина при полувысоте (FWHM).

[1] N.C. Acevedo and A.G. Marangoni, Nanostructured Fat Crystal Systems [Наноструктурированные системы жировых кристаллов], Review of Food Science and Technology 6(1), ноябрь 2014.

## Пример 1

Были приготовлены четыре суспензии жировых кристаллов в жидком масле по рецептурам, приведенным в таблице 2.

Таблица 2. Состав суспензий (примеры 1A-1D)

| Компонент                         | Количество<br>(мас.% в пересчёте на общую массу суспензии) |                |                |                |
|-----------------------------------|------------------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|
|                                   | Суспензия<br>А                                             | Суспензия<br>В | Суспензия<br>С | Суспензия<br>D |
| Соевое масло                      | 88,0                                                       | 79,5           | 78             |                |
| Подсолнечное масло                |                                                            |                |                | 87,5           |
| Пальмоядровое масло               |                                                            | 10,0           | 10             |                |
| Лецитин из семян<br>подсолнечника |                                                            | 0,5            | 0,5            |                |
| Эмульгатор *                      |                                                            |                | 0,5            | 0,5            |
| Порошкообразный жир<br>erES48 **  | 12,0                                                       | 10,0           |                | 12             |
| Жидкий жир inES48 **              |                                                            |                | 11             |                |
| Всего                             | 100                                                        | 100            | 100            | 100            |

\*) Эмульгатор представляет собой смесь моно- и диглицеридов пальмитиновой и стеариновой кислот; реализуется как Dimodan HP.

\*\*) erES48 и inES48 представляют собой ферментативно или химически переэтерифицированные жировые смеси, полученные из смеси 65% стеарина (с йодным числом 14) от сухого фракционирования пальмового масла и 35% пальмоядрового масла.

Жидкий erES48 имел температуру примерно 75°C.

Порошкообразный жир был получен способом сверхкритической микронизации расплава, аналогичным способу, описанному в “Particle formation of ductile materials using the PGSS technology with supercritical carbon dioxide” [Получение частиц пластичных материалов по PGSS-технологии с применением сверхкритического диоксида углерода], P.Münüklü, Ph.D.Thesis, Delft University of Technology, 16-12-2005, chapter 4, pp. 41-51).

Для суспензии А порошкообразный жир был получен, как описано выше, при соотношении жир:CO<sub>2</sub>, равном 75:40. Настольный миксер с чашей с изоляционной рубашкой (от Stephan) предварительно охлаждали, пропуская воду температурой 10°C через двойную стенку чаши миксера в течение по меньшей мере 12 минут. Затем чашу наполняли 120 г порошкообразного жира, к которому добавляли 880 г соевого масла. После этого чашу закрывали крышкой и понижали давление до уровня ниже 100 мбар. Суспензию перемешивали с течение 50 минут. Затем отбирали образцы для измерения средней толщины кристаллов (АСТ).

Для суспензии В стальной танк с двойными стенками ёмкостью 200 л, оборудованный трубопроводом для рециркуляции (проходящий снизу доверху), насосом с высоким усилием сдвига для транспортирования и дисковой мешалкой с высоким

усилием сдвига, наполняли 71,4 кг соевого масла температурой примерно 10°C, в котором были растворены 9 кг пальмоядрового масла. Добавляли 450 граммов лецитина. В танке поддерживался умеренный вакуум (<100 мбар). В процессе рециркуляции масла 9 кг порошкообразного жира eгES48 всасывались через воронку, смонтированную в рециркуляционном контуре, и диспергировались сначала под действием насоса с высоким усилием сдвига, а затем дисковой мешалки с высоким усилием сдвига, и рециркуляции. Воздух непрерывно удалялся для поддержания низкого давления. Рециркуляция продолжалась в течение примерно 15 минут. Температура поддерживалась на уровне около 20°C за счёт пропускания воды температурой 15°C через двойную стенку танка. Спустя примерно 15 минут вакуум сбрасывали и проводили отбор образцов для измерения средней толщины кристаллов жира (АСТ).

Суспензию С готовили на том же оборудовании, что и суспензию В, из смеси соевого масла/пальмоядрового масла при 5°C, лецитина подсолнечника и эмульгатора, растворённых в масле. Твёрдый жир eгES48 добавляли в жидком виде при 75°C через воронку в рециркуляционном контуре. Отбирали образцы для измерения средней толщины кристаллов жира (АСТ).

Суспензию D готовили аналогично приготовлению суспензии В с использованием подсолнечного масла, в котором был растворён эмульгатор.

#### Результаты

Все полученные в примерах суспензии представляют собой однородные текучие суспензии белого цвета. Измеренная средняя толщина кристаллов перечислена в таблице 3 (в суспензии 1D измерения не проводились).

Таблица 3. Средняя толщина кристаллов жира в масляной суспензии

| Пример      | АСТ (нм) |
|-------------|----------|
| Суспензия А | 44,4     |
| Суспензия В | 41,4     |
| Суспензия С | 49,7     |

#### Пример 2

Спред жирностью 60%, состав которого приведен в таблице 4. Были приготовлены (в лабораторном масштабе) два примера спреда согласно настоящему изобретению (с одинаковым общим уровнем твёрдого жира, разными соотношениями твёрдого жира и масла в суспензии и добавлением после приготовления эмульсии). Контроль не содержал твёрдого жира в масле (т.е. без суспензии, только масло), но весь твёрдый жир добавлялся после эмульсии (при этом общее количество твёрдого жира было одинаковым).

Таблица 4. Композиция для примера 2

|              |                     |                    | 2a   | 2b   | Контроль |
|--------------|---------------------|--------------------|------|------|----------|
| Водная фаза  | Вода                |                    | 39,9 | 39,9 | 39,9     |
|              | Соль                |                    | 0,1  | 0,1  | 0,1      |
| Жировая фаза | Жировая суспензия   | Порошок inES48     | 5,9  | 3,9  | 0        |
|              |                     | Подсолнечное масло | 42,7 | 42,7 | 42,7     |
|              |                     | Эмульгатор *       | 0,5  | 0,5  | 0,5      |
|              | Горячий твёрдый жир | inES48 жидкий      | 10,9 | 12,9 | 16,8     |
| Всего        |                     |                    | 100  | 100  | 100      |

\*) Эмульгатор представляет собой смесь моно- и диглицеридов пальмитиновой и стеариновой кислот; реализуется как Dimodan HP.

Спред с содержанием жира 60% был получен при общем продуктовом потоке 15 кг/ч. На первой стадии готовили дисперсию (DL), содержащую 12% (5,9 частей порошка на общий жир 49,1 (42,7 + 5,9 + 0,5) в примере 2a) или 8% твёрдых частиц жира (3,9 частей на общий жир 47,1 (42,7 + 3,9 + 0,5) в примере 2 b), как описано в примере 1d. После приготовления суспензию охлаждали до 13-16°C. Эту суспензию смешивали с водой (4°C) в С-блоке (75 мл), 2200 об./мин, с образованием эмульсии. К полученной эмульсии добавляли дополнительный горячий (70°C) жидкий inES48 через Y-тройник в трубопроводе, сразу после этого в первом блоке образовалась окончательная композиция, которая сразу же перемешивалась во втором штифтовом смесителе (С-блок 400 мл, 600 об./мин). Для приготовления контроля не содержащую твёрдых веществ масляную фазу эмульгировали с водой с последующим добавлением всего твёрдого жира в период между обработками в 2 штифтовых смесителях.

Образцы отбирали после обработки во втором штифтовом смесителе и хранили при 5°C.

#### Результаты

Спустя 3 дня хранения при 5°C продукты показали характеристики, приведенные в таблице 5.

Таблица 5. Результаты примеров 2a, 2b и контроля. Размер капель и твёрдость по Стивенсу спустя 3 дня хранения при 5°C

|                     | 12% DL [2a] | 8% DL[2b] | Контроль |
|---------------------|-------------|-----------|----------|
| D3,3                | 4,9         | 5,75      | 12,8     |
| e-сигма             | 1,9         | 1,92      | 2,21     |
| показатель Стивенса | 200         | 270       | 340      |

#### Пример 3

Спред жирностью 60% с составом, как описано в таблице 6. Были приготовлены два примера спреда согласно настоящему изобретению, которые различались видом используемого твёрдого жира, который добавлялся в жидком состоянии после

образования эмульсии. Были также подготовлены два контроля без твёрдого жира в масле (т.е. без суспензии, только масло), но с добавлением всего твёрдого жира после образования эмульсии, причём оба контроля содержали одинаковое общее количество твёрдого жира.

Таблица 6. Композиция для примера 3

|                     |                           |                    | 3a   | 3b   | Контроль<br>1 | Контроль<br>2 |
|---------------------|---------------------------|--------------------|------|------|---------------|---------------|
| Водная<br>фаза      | Вода                      |                    | 39,9 | 39,9 | 39,9          | 39,9          |
|                     | Соль                      |                    | 0,1  | 0,1  | 0,1           | 0,1           |
| Жировая<br>фаза     | Жировая<br>суспензия      | Порошок inES48     | 1,6  | 1,6  | -             | -             |
|                     |                           | Подсолнечное масло | 39,9 | 39,9 | 39,9          | 39,9          |
|                     |                           | Эмульгатор *       | 0,5  | 0,5  | 0,5           | 0,5           |
|                     | Горячий<br>твёрдый<br>жир | dfPOs53 ** жидкий  |      | 18,0 |               | 19,6          |
|                     |                           | inES48 жидкий      | 18,0 |      | 19,6          |               |
| Скоростной С-блок 2 |                           |                    | 500  | 250  | 750           | 750           |
| Всего               |                           |                    | 100  | 100  | 100           | 100           |

\*) Эмульгатор представляет собой смесь моно- и диглицеридов пальмитиновой и стеариновой кислот; реализуется как Dimodan HP.

\*\*) dfPOs53 = стеарин, полученный двойным фракционированием пальмового масла, с температурой плавления 53°C.

При общем продуктовом потоке 50 кг/ч получили спред жирностью 60%. На первой стадии готовили дисперсию из 2,7% (примеры 3a, 3b) твёрдых частиц жира inES48 в рапсовом масле, как описано в примере 1d. После приготовления суспензию охлаждали до 13-16°C. Эту суспензию смешивали с водой температурой 4°C в жидкостном распределительном смесителе (FDM; 1000 об./мин, общий объём 0,083 литра) (изготовитель – Maelstrom), подобном тому, какой описан в WO 02/38263, с концентрической системой ротор-статор с 4-мя рядами полостей и в роторе, и в статоре. Полости в роторе и статоре представляют собой сферические сегменты, открытые как на вертикальных, так и на горизонтальных гранях. Ротор и статор имеют ступенчатую коническую форму, так что диаметр конуса увеличивается от входного до выходного отверстия (от примерно 50 до 150 мм). Смеситель коммерчески доступен от Maelstrom ([http:// www.maelstrom-apt.com/product-dc50/](http://www.maelstrom-apt.com/product-dc50/)). К приготовленной таким способом эмульсии добавляли дополнительный жидкий твёрдый жир температурой около 65°C (в примере 3a: inES48; в примере 3b: dfPOs53) для получения готовой композиции. После добавления жидкого твёрдого жира продукт перемешивали в штифтовом смесителе (С-блок 1,5 литра, число оборотов в минуту указано в таблице 6). Для каждой из композиций в этом примере скорость вращения этого второго С-блока оптимизировалась с тем, чтобы получить стабильный продукт с минимально возможным размером капель, что позволило

подобрать скорости вращения, указанные в таблице 6. Для приготовления контролей не содержащую твёрдых веществ масляную фазу эмульгировали с водой с последующим добавлением всего твёрдого жира в период между обработками в смесительных блоках.

После второго штифтового смесителя отбирали образцы и хранили их при 5°C.

#### Результаты

Спустя 7 дней хранения при 5°C продукты имели характеристики, показанные в таблице 7.

Таблица 7. Результаты примеров 3a, 3b и контролей. Размер капель и твёрдость по Стивенсу спустя 7 дней хранения 5°C.

|                        | Рапсовое масло + inES48<br>(3a) | Рапсовое масло + dfPOs53<br>(3b) | Контроль 1<br>inES48 | Контроль 2<br>dfPOs53 |
|------------------------|---------------------------------|----------------------------------|----------------------|-----------------------|
| D3,3                   | 5,59                            | 5,49                             | 9,60                 | 9,10                  |
| e-сигма                | 1,89                            | 1,62                             | 2,07                 | 1,93                  |
| показатель<br>Стивенса | 437                             | 356                              | 346                  | 197                   |

Этот пример показывает, что даже после процесса оптимизации (с целью обеспечения наименьшего размера капель) капли в способе по настоящему изобретению имеют меньшие размеры, чем в контролях.

#### Пример 4

Готовили два спреда: один жирностью 40% и один жирностью 60%. Эти спреды имели состав, описанный в таблице 8. Были выполнены два примера согласно настоящему изобретению, которые отличались общим уровнем жира. Был подготовлен также контроль без твёрдого жира в масле (т.е. без суспензии, только масло), а весь твёрдый жир добавлялся после образования эмульсии (но общее количество твёрдого жира было одинаковым).

Таблица 8. Композиция для примера 4

|              |                      |                   | 4a   | 4b   | Контроль |
|--------------|----------------------|-------------------|------|------|----------|
| Водная фаза  | Вода                 |                   | 39,9 | 59,9 | 39,6     |
|              | Соль                 |                   | 0,1  | 0,1  | 0,1      |
| Жировая фаза | Жировая<br>суспензия | Порошок inES48    | 2,4  | 1,6  |          |
|              |                      | Рапсовое масло    | 39,1 | 26,0 | 38,5     |
|              |                      | Эмульгатор *      | 0,5  | 0,4  | 0,5      |
|              | Твёрдый жир          | dfPOs53 ** жидкий | 18,0 | 12,0 | 21,3     |
| Всего        |                      |                   | 100  | 100  | 100      |

\*) Эмульгатор представляет собой смесь моно- и диглицеридов пальмитиновой и стеариновой кислот; реализуется как Dimodan HP.

\*\*) dfPOs53 = стеарин, полученный двойным фракционированием пальмового масла, с температурой плавления 53°C.

При общем продуктовом потоке 100-150 кг/ч получили спреды жирностью 40% и

60%. На первой стадии готовили дисперсию, содержащую 4,0% (примеры 4a, 4b) твёрдых частиц жира inES48 в рапсовом масле, как описано в примере 1d. После приготовления суспензию охлаждали до 13-16°C. Эту суспензию смешивали с меньшим (пример 4a) или бóльшим (пример 4b) количеством воды температурой 4°C в жидкостном распределительном смесителе (FDM; 1750 об./мин, общий объём 0,083 литра) (изготовитель – Maelstrom), подобном тому, какой описан в WO 02/38263, с концентрической системой ротор-статор с 4-мя рядами полостей и в роторе, и в статоре. Полости в роторе и статоре представляют собой сферические сегменты, открытые как на вертикальных, так и на горизонтальных гранях. Ротор и статор имеют ступенчатую коническую форму, так что диаметр конуса увеличивается от входного до выходного отверстия (от примерно 50 до 150 мм). Смеситель коммерчески доступен от Maelstrom ([http:// www.maelstrom-apt.com/product-dc50/](http://www.maelstrom-apt.com/product-dc50/)). К приготовленной таким способом эмульсии добавляли дополнительный жидкий dfPOs53 температурой около 65°C для получения готовой композиции. После добавления жидкого твёрдого жира продукт перемешивали в штифтовом смесителе (С-блок 0,5 литра, 1000 об./мин). Для приготовления контроля не содержащую твёрдых веществ масляную фазу эмульгировали с водой с последующим добавлением всего твёрдого жира в период между обработками в смесительных блоках с получением продукта жирностью 60 %.

После второго штифтового смесителя отбирали образцы и хранили их при 5°C.

#### Результаты

Спустя 7 дней хранения при 5°C продукты имели характеристики, показанные в таблице 9.

Таблица 9. Результаты примеров 4a, 4b и контроля. Размер капель и твёрдость по Стивенсу спустя 7 дней хранения 5°C.

|                        | Спред 60% жира<br>(4a) | Спред 40% жира<br>(4b) | Контрольный<br>спред 60% жира |
|------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| D3,3                   | 3,99                   | 5,0                    | 10,70                         |
| с-сигма                | 1,90                   | 2,08                   | 2,20                          |
| показатель<br>Стивенса | 404                    | 29,3                   | 668                           |

#### Пример 5

Спред жирностью 60% на основе пальмового масла, имеющий состав, описанный в таблице 10.



Таблица 10. Композиция для примера 5

|              |                               |                | 5a   | 5b   | 5c   |
|--------------|-------------------------------|----------------|------|------|------|
|              | Скоростной С-блок 1 (об./мин) |                | 1250 | 1500 | 1500 |
|              | Скоростной С-блок 2 (об./мин) |                | 500  | 500  | 1000 |
| Водная фаза  | Вода                          |                | 39,9 | 39,9 | 39,9 |
|              | Соль                          |                | 0,1  | 0,1  | 0,1  |
| Жировая фаза | Жировая суспензия             | Порошок РО     | 1,3  | 2,0  | 1,7  |
|              |                               | Рапсовое масло | 31,0 | 48,7 | 40,0 |
|              |                               | Эмульгатор *   | 0,3  | 0,3  | 0,3  |
|              | Горячий твёрдый жир           | РО жидкий      | 27,4 | 9,0  | 18,0 |
| Всего        |                               |                | 100  | 100  | 100  |

\*) Эмульгатор представляет собой смесь моно- и диглицеридов пальмитиновой и стеариновой кислот; реализуется как Dimodan HP.

На первой стадии получали порошкообразный жир прямо из (RBD = рафинированного, отбелённого и дезодорированного) пальмового масла способом производства порошка, описанным в примере 1. Готовили дисперсию из 4% полученного порошка пальмового масла в 96% рапсового масла, содержащего эмульгатор, как описано в примере 1d.

Жировую суспензию смешивали с охлаждённой водной фазой (4°C) и эмульгировали в штифтовом смесителе на 1,5 литра (С-блок, об./мин см. таблицу). Сразу после этого первого штифтового смесителя добавляли нагретое (45°C) жидкое пальмовое масло, и общую смесь перемешивали далее во втором штифтовом смесителе (С-блок 0,5 л, об./мин см. таблицу). Продукт был получен при общем продуктовом потоке примерно 50 кг/ч. Пример 5a имел повышенный уровень твёрдого жира с целью получения твёрдого спреда; пример 5b имел низкий уровень твёрдого жира с целью получения мягкого спреда и пример 5c имел промежуточный уровень твёрдого жира для получения спреда многоцелевого назначения.

Образцы отбирали после второго штифтового смесителя и хранили при 5°C.

#### Результаты

Спустя 7 дней хранения при 5°C продукты имели характеристики как в таблице 11.

Таблица 11. Спред жирностью 60% на основе пальмового масла спустя 1 неделю хранения при 5°C

|                     | 5a  | 5b   | 5c   |
|---------------------|-----|------|------|
| D3,3                | 8,1 | 4,25 | 3,56 |
| c-сигма             | 2,8 | 1,68 | 1,79 |
| показатель Стивенса | 560 | 67   | 258  |

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения пищевой эмульсии с непрерывной масляной фазой, при этом эмульсия содержит 15-65 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, водной фазы и 35-85 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, жировой фазы, причём указанная жировая фаза содержит первый твёрдый жир, второй твёрдый жир и пищевое масло, при этом указанный способ включает стадии:

а) приготовления дисперсии, содержащей пищевое масло и кристаллы жира путём смешивания от 65 до 98 мас.%, в пересчёте на массу дисперсии, пищевого масла и от 2 до 35 мас.%, в пересчёте на массу дисперсии, первого твёрдого жира, при этом кристаллы жира в дисперсии имеют среднюю толщину менее 50 нм при температуре от 15°C до 20°C при измерении методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей;

б) обеспечения водной фазы при температуре от 0 до 25°C;

с) смешивания дисперсии, полученной на стадии (а), с водной фазой со стадии (б) с образованием эмульсии;

д) смешивания эмульсии, полученной на стадии (с), с 1-35 мас.%, в пересчёте на общую массу жировой фазы, указанного второго твёрдого жира, при этом второй твёрдый жир является жидким и имеет температуру от 30 до 80°C.

2. Способ по п. 1, согласно которому дисперсию на стадии (а) получают смешиванием кристаллизованных частиц первого твёрдого жира с пищевым маслом, которое имеет температуру ниже 30°C.

3. Способ по п. 2, согласно которому кристаллизованные частицы первого твёрдого жира представляют собой микронизированные жировые частицы, полученные сверхкритической микронизацией расплава первого твёрдого жира.

4. Способ по п. 1, согласно которому дисперсию на стадии (а) получают смешиванием первого твёрдого жира, который расплавлен и имеет температуру в диапазоне от 30°C до 80°C, с пищевым маслом температурой от -10°C до 25°C при сдвиговом усилии, при этом количества и температуры выбираются таким образом, чтобы температура дисперсии была ниже температуры плавления первого твёрдого жира.

5. Способ по п. 1, согласно которому дисперсию на стадии (а) получают путём обеспечения смеси первого твёрдого жира и пищевого масла при температуре, при которой вся эта смесь является жидкой, и последующего охлаждения указанной смеси до температуры от 0 до 25°C; предпочтительно такое охлаждение проводится в скребковом теплообменнике.

6. Способ по любому из предшествующих пунктов, согласно которому после добавления второго твёрдого жира на стадии (д) полученная общая смесь подвергается

воздействию сдвигового усилия таким образом, чтобы температура смеси на выходе из сдвигового устройства была ниже 35°C.

7. Способ по любому из предшествующих пп. 1-5, согласно которому первый и второй твёрдые жиры имеют одинаковый состав.

8. Способ по любому из предшествующих пп. 1-5, согласно которому первый и второй твёрдые жиры имеют разный состав.

9. Способ по любому из предшествующих пунктов, согласно которому второй твёрдый жир содержит от 10 до 100 мас.%, в пересчёте на массу второго твёрдого жира, стеринов, станолов либо сложных эфиров стеринов или станолов.

10. Способ по любому из предшествующих пунктов, согласно которому первый твёрдый жир и второй твёрдый жир имеют содержание твёрдых частиц по меньшей мере 50% при 20°C и по меньшей мере 25% при 30°C.

11. Способ по любому из предшествующих пунктов, согласно которому эмульсия, содержит 20-55 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, водной фазы и 45-80 мас.%, в пересчёте на общую массу эмульсии, жировой фазы.

12. Способ по любому из предшествующих пунктов, согласно которому дисперсия, приготовленная на стадии (а), перед стадией смешивания (с) имеет количество твёрдых частиц от 1 до 25%.

13. Способ по любому из предшествующих пунктов, согласно которому стадия смешивания (с) осуществляется с использованием сдвигового устройства, которое продуцирует эмульсию с размером капель воды D<sub>3,3</sub> от 1 до 20 микрон, предпочтительно – от 2 до 15 микрон, более предпочтительно – от 2 до 10 микрон, и согласно которому температура эмульсии после указанной стадии смешивания составляет ниже 28°C.