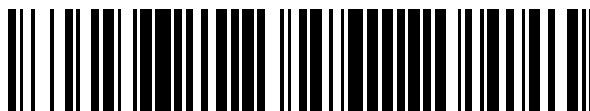


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 217**

51 Int. Cl.:  
**A23L 1/305** (2006.01)  
**A23J 1/20** (2006.01)  
**A23C 9/142** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09788245 .0**  
96 Fecha de presentación: **23.07.2009**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2317877**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.05.2011**

54 Título: **Método para la filtración de leche**

30 Prioridad:  
**23.07.2008 WO PCT/NL2008/050504**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**10.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**10.04.2012**

73 Titular/es:  
**N.V. Nutricia**  
**Eerste Stationsstraat 186**  
**2712 HM Zoetermeer, NL**

72 Inventor/es:  
**Huisman, Ingmar Harald**

74 Agente/Representante:  
**Tomas Gil, Tesifonte Enrique**

ES 2 378 217 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Método para la filtración de leche

5 CAMPO DE LA INVENCION

[0001] La presente invención se refiere a procesos a escala industrial para aumentar la concentración de proteína en la leche, particularmente aumentar la concentración de proteína y reducir el contenido mineral en la leche.

10 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0002] Para preparar composiciones nutricionales, se usan preferiblemente proteínas de la leche en forma de proteína de la leche concentrada.

Las proteínas de la leche concentradas se producen típicamente usando procesos de ultrafiltración.

15 La calidad de la proteína de la leche concentrada se mejora preferiblemente reduciendo el contenido de fósforo y/o de calcio.

El fósforo alto en alimentos para personas vulnerables puede causar problemas, por ejemplo, problemas renales o problemas en la salud de los huesos.

20 En los procesos a escala industrial es importante que los flujos de permeación se mantengan a un nivel alto para asegurar un productividad suficiente.

Por lo tanto, la obstrucción de la membrana de ultrafiltración es particularmente indeseable.

[0003] El documento EP 0467482 describe un método de preparación de un aislado de proteína de la leche por ultrafiltración de un derivado de leche con proteínas de la leche disueltas, comprendiendo la ultrafiltración de una leche no precalentada o como mucho desnatada pasteurizada baja o mezcla de leche desnatada y un lactosuero con solución a un pH que varía de 3 a 4, seguido de diafiltración del retenido, luego aumentando el pH a un valor sustancialmente en el intervalo neutro, en el que la ultrafiltración de pH se continúa hasta un contenido de sólidos en el retenido de al menos 15% y en particular sobre 20%.

30 [0004] St-Gelais et al., *J. Dairy Sci.* 75, 1167-1172 (1992) describe efectos combinados de temperatura, acidificación y diafiltración en la composición de retenido de leche desnatada y permeado en un proceso de ultrafiltración.

[0005] El documento WO 00/51440 describe un proceso para crear una composición de leche de fluido aproximadamente neutro, concentrado de proteína de la leche y leche más lactosuero añadido, selección de un álcali, ajuste del pH hacia arriba, calefacción, enfriamiento, selección de un ácido y ajuste del pH hacia abajo antes de ultrafiltración y, en un proceso más preferido, luego diafiltrar la composición tratada.

35 RESUMEN DE LA INVENCION

40 [0006] Los presentes inventores descubrieron un método de filtración de leche que proporciona una proteína de la leche que ventajosamente se puede usar en productos médicos nutricionales.

El producto de proteína de la leche resultante proporciona una mejora en la viscosidad relativamente baja cuando se usa en un producto nutricional.

45 Una baja viscosidad es muy deseada, ya que esto aumentará la adaptabilidad y/o aceptación del consumidor del producto nutricional.

Además, aparte de la buena calidad de la proteína, el presente proceso proporciona una reducción deseada en la concentración de calcio y/o de fósforo, y una obstrucción reducida de las membranas de ultrafiltración.

[0007] El presente proceso para filtrar leche comprende los pasos de:

50 a. ajuste del pH de la leche a un valor en el intervalo de 5,9 a 6,3

b. incubación de la leche obtenida del paso a.

55 c. ajuste del pH de la leche obtenida del paso b. a un valor en el intervalo de 6,4 a 7,0

d. sometimiento de la leche obtenida del paso c. a un paso de ultrafiltración.

Preferiblemente el proceso se completa mediante la obtención o recuperación del retenido.

60 [0008] El uso este método donde el pH se aumenta preferiblemente sólo justo antes de la ultrafiltración, proporciona un concentrado de proteína de la leche con una viscosidad relativamente baja; con un contenido de calcio bajo y/o de fósforo, pero sin una obstrucción de las membranas de ultrafiltración.

65 [0009] Sin querer limitarse a la teoría, los presentes inventores creen que sometiendo la leche de pH más alto, que ha sido sometida a un paso de incubación a un pH inferior, a la ultrafiltración, las sales de fósforo como el fosfato cálcico

todavía no se han reformado, dando como resultado un fósforo mejorado y/o una eliminación del calcio y una obstrucción reducida de la membrana.

Al mismo tiempo, un proteína de la leche se obtiene con características inductoras de viscosidad reducida.

5 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0010] En el presente proceso de ultrafiltración (UF), las proteínas de la leche se concentran aplicando presión a la leche para forzar el agua y los componentes de bajo peso molecular (particularmente minerales y lactosa) a través de un filtro de membrana porosa mientras los componentes de mayor peso molecular son retenidos (particularmente proteína).

El material que pasa a través de la membrana se denomina el permeado y el material que no pasa a través de la membrana se denomina el retenido.

En una forma de realización preferida del presente proceso de filtración, la materia prima es leche desnatada, más preferiblemente, leche desnatada procedente de vacas.

[0011] En particular, la presente invención se refiere un proceso para preparar un concentrado de proteína de la leche que incluye los pasos de:

a. disminución del pH de la leche a un valor en el intervalo de 5,9 a 6,3

b. incubación de la leche obtenida del paso a. durante 1 - 20 horas;

c. aumento del pH de la leche obtenida del paso b. a un valor en el intervalo de 6,4 a 7,0

d. sometimiento de la leche obtenida del paso c. dentro de 2 horas a un paso de ultrafiltración;

e. obtención del retenido.

*Ajuste del pH*

[0012] En el presente proceso, el pH de la leche se reduce a un pH ligeramente ácido, es decir, a un valor de pH en el intervalo de 5,9 a 6,3.

Es importante que el pH no se reduzca a valores de aproximadamente 3 a 4.

Tal pH bajo produce efectos indeseables, particularmente cuando se trata la leche de tratamiento a escala industrial.

El pH de la solución pasa el punto isoeléctrico que puede llevar a una coagulación de proteínas y una modificación indeseada de la estructura de las proteínas dando como resultado características de viscosidad aumentadas.

Preferiblemente el pH se reduce con un ácido o una mezcla de varios ácidos y / o sales derivadas.

En una forma de realización, el pH se reduce con al menos un ácido seleccionado del grupo consistente en ácido cítrico, ácido málico, ácido láctico, ácido acético, ácido fosfórico, ácido glucónico, glucono-delta-lactona y o ácido clorhídrico.

Otro inconveniente de la reducción de pH a un valor bajo, por ejemplo, entre 3 y 4 es que se necesitan cantidades relativamente grandes de ácido y es necesario usar cantidades relativamente grandes de hidróxidos o sales de ácidos débiles para aumentar el pH a un valor sustancialmente dentro del intervalo neutro (si se desea).

Estos procesos suponen preparaciones de proteína con niveles altos indeseables de cationes y aniones en el concentrado de proteína final.

[0013] El presente margen de pH de 5,9 a 6,3 resultó ser óptimo, particularmente porque a un pH aproximadamente por encima de 6,3, el calcio y el fósforo no son solubilizados suficientemente y a un pH por debajo de 5,9, la coagulación de las proteínas se vuelve visible y a incluso un pH inferior se produce un aumento irreversible de la viscosidad.

*Incubación*

[0014] En el siguiente paso, la leche con pH reducido a aproximadamente 5,9 a 6,3 se incuba durante aproximadamente de 30 minutos a aproximadamente 20 horas, preferiblemente durante aproximadamente de 1 hora a aproximadamente 12 horas.

La leche puede dejarse en reposo o agitarse ligeramente, por ejemplo, mezclada o agitada.

En una forma de realización, la incubación se realiza a temperatura ambiente.

No obstante, se prefiere evitar una incubación a una temperatura que sería adecuada para el crecimiento de bacterias patógenas en la leche, p. ej., se prefiere evitar una incubación a una temperatura entre 25°C y 37°C.

Por lo tanto, la incubación se realiza preferiblemente a una temperatura por debajo de los 25°C o por encima de los 37 °C.

En una forma de realización preferida, la incubación se realiza a una temperatura de o aproximadamente por encima de 40°C, o de o aproximadamente por encima de 45°C, o de o aproximadamente por encima de 50°C o incluso por encima de, por ejemplo, aproximadamente 55°C o aproximadamente 60°C.

Se prefiere una temperatura alrededor de aproximadamente 50°C.

En otra forma de realización preferida, la incubación se realiza a una temperatura por debajo de la temperatura ambiente, por ejemplo, a o por debajo de aproximadamente 20°C, o a o por debajo de aproximadamente 15°C, o a o por debajo de aproximadamente 10°C.

Se prefiere una temperatura de o por debajo de aproximadamente 8°C.

5 Por lo tanto, el paso de incubación se realiza preferentemente a una temperatura entre 1 y 10°C o entre 40 y 60°C.

#### *Aumento del pH*

[0015] Después de la reducción del pH e incubación, el pH se aumenta a un valor en el intervalo de 6,4 a 7,0.

10 Preferiblemente el pH se aumenta un poco antes de la ultrafiltración.

Para reducir más la obstrucción de la membrana, el pH se aumenta preferiblemente a un valor en el intervalo de 6,6 a 7,0.

La leche se somete posteriormente al paso de ultrafiltración, preferiblemente en 2 horas, más preferiblemente en 1 hora después de aumento del pH.

15 Se desea mantener el tiempo entre el aumento del pH y el sometimiento de la leche al paso de ultrafiltración corto, ya que esto supondrá un calcio mejorado y/o eliminación de fósforo.

En una forma de realización en el paso c., el pH se aumenta añadiendo uno o más seleccionados del grupo consistente en agua, hidróxido sódico, hidróxido potásico, citrato sódico, citrato de potasio, carbonato de sodio, carbonato potásico, bicarbonato sódico y bicarbonato de potasio.

20

#### *Ultrafiltración*

[0016] Después del aumento del pH, la leche se somete a un paso de ultrafiltración (UF).

25 El filtro de membrana porosa usado en el presente paso de UF tiene preferiblemente un peso molecular reducido por debajo de 100.000 Dalton, más preferiblemente entre 5.000 y 30.000 Dalton, de forma más preferida entre 15.000 y 25.000 Dalton.

En combinación con el presente intervalo de pH, esto asegura un flujo óptimo, una reducción óptima en la concentración de calcio y/o de fósforo, así como proporciona una recuperación de proteína suficiente.

30 [0017] Como se ha mencionado anteriormente, en el paso de UF, se concentran proteínas de la leche.

Preferiblemente, proteínas de la leche se concentran mediante la presente UF a una concentración de dos a seis veces de la concentración en la leche inicial.

35 [0018] En una forma de realización preferida, el paso de UF se realiza a temperaturas que limitan el crecimiento de bacterias patógenas.

Por lo tanto el paso de UF se realiza preferentemente a una temperatura entre 1 y 10°C o entre 40 y 60°C.

En una forma de realización preferida, el paso de incubación y el paso de UF se realizan a la misma temperatura.

40 [0019] En una forma de realización preferida, la leche usada en el presente proceso se diluye antes de que la ultrafiltración se desarrolle.

La dilución mejorará la reducción en los niveles de calcio, fósforo y/o lactosa.

Preferiblemente la leche se diluye con un 15-120 % en peso de una solución acuosa, por ejemplo en una forma de realización preferida con agua, preferiblemente agua corriente, antes de que la UF tenga lugar, donde el % en peso se basa en el peso total de la leche.

45 Preferiblemente la leche que se somete a UF tiene una concentración de proteína de entre 1g/100ml y 3,6 g/100ml.

En una forma de realización preferida, la dilución coincide con el paso c. del presente proceso donde el pH se aumenta.

[0020] En una forma de realización, el paso de ultrafiltración incluye un paso de diafiltración.

50 La diafiltración (DF) es un proceso de filtración similar a la UF en el contexto de la presente invención, la diafiltración se considera un tipo específico de ultrafiltración.

En un paso de DF, se añade agua u otro diluyente al retenido concentrado en o aproximadamente el mismo índice que el permeado se quita.

Así, el volumen del retenido puede no cambiar mucho durante el proceso de diafiltración, pero los materiales de peso molecular bajo se eliminan continuamente de los componentes de peso molecular alto en el retenido.

55 La inclusión de un paso de diafiltración mejorará la eliminación de fósforo, calcio y/o lactosa.

#### *Tratamiento posterior*

60 [0021] En una forma de realización, el presente proceso comprende además uno o más de los pasos de pasteurización, concentración por evaporación, secado por atomización y/o secado en tambor.

[0022] La composición obtenida usando el presente proceso, el retenido, es especialmente adecuada para la producción de composiciones nutricionales, una composición nutricional preferiblemente con un alto contenido de proteínas, más preferiblemente para producir composiciones con entre 3 y 12 de gramos de proteínas por 100 ml, carbohidratos y grasa.

65

Estas composiciones nutricionales se beneficiarán de una baja viscosidad debido al uso del concentrado de proteína fabricado mediante el presente proceso.

5 [0023] En una forma de realización, la composición obtenida del presente proceso, en particular el retenido, es secada por atomización.

*Composición de proteína*

10 [0024] La composición obtenida del presente proceso, en particular el retenido, contiene preferiblemente proteína de la leche en una concentración de entre 8 g/100ml y 24 g/100ml, más preferiblemente en una concentración de entre 10 g/100ml y 20 g/100 ml, de forma más preferida en una concentración de entre 15 g/100ml y 17 g/100 ml.

15 La composición obtenida del presente proceso, en particular el retenido, contiene preferiblemente menos de 1,40 g de fósforo por 100g de proteína, más preferiblemente entre 1,00 y 1,30 g de fósforo por 100 g de proteína. La composición obtenida del presente proceso, en particular el retenido, contiene preferiblemente menos de 2,30 g de calcio por 100g de proteína, más preferiblemente entre 1,20 y 2,10 g de calcio por 100 g de proteína. La composición obtenida del presente proceso, en particular el retenido, contiene preferiblemente entre 5 y 15 g de lactosa por 100 g de proteína, más preferiblemente entre 10 y 13 g de lactosa/100 g de proteína.

20 [0025] La viscosidad de la presente composición de proteína está por debajo de la viscosidad del caseinato o soluciones de caseinato/lactosuero.

Preferiblemente, la viscosidad de la presente composición de proteína en una concentración de proteína de 16,5 g/100g es de 50 a 100 mPa.s (medido a 20°C y 100s<sup>-1</sup>).

Tal como se ha mencionado anteriormente, la presente composición tiene preferiblemente una concentración de proteína entre 8 g/100ml y 24 g/100ml.

25 Para determinar la viscosidad de la presente composición en 16,5 gramos por litro, la presente composición normalmente tiene que ser diluida o concentrada.

La dilución puede adecuadamente tener lugar con agua.

La concentración puede conseguirse adecuadamente por medio de la ultrafiltración.

30 **EJEMPLOS**

**Ejemplo 1**

35 [0026] El pH de un lote de leche desnatada (a 7°C) se redujo a 6,2 mediante la adición de una mezcla de ácido cítrico y Na-citrato.

La leche obtenida fue incubada entonces durante una hora y se calentó durante una hora a 50°C.

Dos horas después de la reducción del pH 120% (p/p) agua corriente de 50°C se añadió a la leche.

Esto provocó un aumento en el pH a aproximadamente 6,4.

40 La leche desnatada diluida con el pH ajustado se concentró luego usando un conjunto de membranas de ultrafiltración de 20,000D para una concentración de proteína de 18 g/100g.

El retenido contenía 1,8g de Ca / 100g de proteína, 1,3 g de P / 100g de proteína y 12 g de lactosa / 100 g de proteína.

Cuando se diluyó hasta un concentrado de proteína 16,5 % en peso, la viscosidad fue de 60 mPa.s (medida a 20°C y una tasa de cizallamiento de 100s<sup>-1</sup>).

45 **Ejemplo 2**

[0027] El pH de un lote de leche desnatada (a 4°C) se redujo a 6,2 mediante la adición de una mezcla de ácido cítrico y Na-citrato.

La leche obtenida se incubó luego durante ocho horas.

50 Luego el pH se aumentó a 6,4 mediante la adición de hidróxido de potasio.

Dentro de 30 minutos, la leche obtenida se bombeó a un sistema de ultrafiltración (UF) con membranas con tamaños de poro de 20,000D.

Antes del sistema UF, agua al 80 % en peso se mezcló con la leche en línea y la mezcla se calentó a 50°C.

55 En el sistema de UF, la leche se concentró a 16,5 % en peso de proteína mientras se diafiltró con 40 % en peso de agua.

Debido a la adición de agua de grifo, el pH se aumentó a 6,6 durante la ultrafiltración y la diafiltración.

El concentrado de proteína contenía 2,1 g de Ca / 100g de proteína, 1,35 g de P / 100g de proteína y 12 g de lactosa / 100 g de proteína.

60 El 16,5 % en peso de concentrado de proteína tuvo una viscosidad de 70 mPa.s (medida a 20°C y una tasa de cizallamiento de 100s<sup>-1</sup>).

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso para preparar un concentrado de proteína de la leche comprendiendo los pasos de:
- 5 a. disminución del pH de la leche a un valor en el intervalo de 5,9 a 6,3;
- b. incubación de la leche obtenida del paso a. durante 1 - 20 horas;
- 10 c. aumento del pH de la leche obtenida del paso b. a un valor en el intervalo de 6,4 a 7,0
- d. sometimiento de la leche obtenida del paso c. dentro de 2 horas a un paso de ultrafiltración;
- e. obtención del retenido.
- 15 2. Proceso según la reivindicación 1, donde la leche usada en el paso a. es leche desnatada.
3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, donde el paso de incubación b. y/o el paso de ultrafiltración d. se realizan en la leche con una temperatura entre 1 y 10 °C o entre 40 y 60 °C.
- 20 4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, donde en el paso a. el pH se disminuye con al menos un ácido seleccionado del grupo consistente en ácido cítrico, ácido málico, ácido láctico, ácido acético, ácido fosfórico, ácido glucónico, glucono-delta-lactona y o ácido clorhídrico.
- 25 5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde en el paso c. el pH se aumenta añadiendo uno o más seleccionados del grupo consistente en agua, hidróxido sódico, hidróxido potásico, citrato sódico, citrato potásico, carbonato sódico, carbonato potásico, bicarbonato sódico y bicarbonato potásico.
6. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, donde la leche se diluye con 15-120 % en peso de agua antes del paso de ultrafiltración d.
- 30 7. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, donde el paso de ultrafiltración d. comprende una diafiltración.
8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que comprende además uno o más de los pasos de pasteurización, concentración por evaporación, secado por atomización y/o secado en tambor.
- 35 9. Composición que comprende
- (i) proteína de la leche en una concentración entre 8 g/100ml y 24 g/100ml
- 40 (ii) fósforo en una concentración por debajo de 1,40g de fósforo por 100 g de proteína;
- (iii) calcio en una concentración por debajo de 2,30 g de calcio por 100 g de proteína;
- (iv) lactosa en una concentración entre 5 y 15 g de lactosa por 100 g de proteína; y
- 45 (v) una viscosidad de 50 a 100 mPa.s a una concentración de proteína de 16,5 g/100ml.
10. Uso de una composición obtenible por el proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-8 para la producción de una composición nutricional comprendiendo entre 3-12 gramos de proteína por 100 ml.