

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 415 905**

51 Int. Cl.:

A23C 9/142	(2006.01)	A23G 1/46	(2006.01)
A23C 9/146	(2006.01)		
C13K 5/00	(2006.01)		
A23C 21/00	(2006.01)		
A23C 1/04	(2006.01)		
A23C 9/14	(2006.01)		
A23J 3/08	(2006.01)		
A23L 1/09	(2006.01)		
A23L 2/39	(2006.01)		
A23G 1/40	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.02.2007** **E 07002615 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2013** **EP 1958514**

54 Título: **Procedimiento para producir suero en polvo modificado**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.07.2013

73 Titular/es:

**KRAFT FOODS R & D, INC. (100.0%)
THREE LAKES DRIVE
NORTHFIELD, IL 60093, US**

72 Inventor/es:

**DE JESUS GUERRA GONZALES, OMAR;
ROCKLAGE, BERNARD, DR.-ING. y
BERNAUER, HANS-PETER**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 415 905 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

Procedimiento para producir suero en polvo modificado.

Campo técnico de la invención.

5 La presente invención se refiere a un proceso para producir un suero en polvo modificado a partir de permeado de suero.

Antecedentes de la técnica.

Hay, en general, dos tipos de suero que se corresponden como subproductos durante el procesado de leche en la fabricación de productos lácteos tales como queso y cuajada. Estos tipos de suero normalmente son referidos como suero dulce y suero agrio.

10 El suero dulce también se llama suero de queso y se produce durante la fabricación de queso, cuando el cuajo (una enzima que deriva del estómago de la ternera) se usa para cuajar. El valor del pH del suero dulce puede estar en el intervalo entre 5,2 y 6,7.

15 El suero agrio comprende los tipos de suero conocidos normalmente como suero ácido y cuajada o suero de requesón. El suero ácido, también conocido como suero de caseína, se origina a partir de la fabricación de caseína por medio de ácido láctico, bacterias que generan ácido láctico o ácido clorhídrico. Como se deduce por sus nombres, la cuajada o suero de requesón se producen durante la fabricación de queso quark o requesón. El ácido láctico generado por fermentación natural imparte alta acidez al suero tal que los valores de pH de estos tipos de suero están típicamente en el intervalo de 3,8 a 4,6.

20 En algunos casos, el suero dulce agrio también se considera incluido en este término aunque esto pueda parecer incorrecto. Si no se tiene cuidado suficiente con el suero dulce (suero de queso) se vuelve agrio por continuación de la fermentación natural y después se le llama suero dulce agrio. Este proceso de fermentación normalmente no es deseado.

En la siguiente tabla se muestra una composición típica de estos tipos de suero:

	Suero dulce	Suero agrio
% sólidos	6,4-6,8	6,8
% lactosa	4,8	4,3-4,4
% proteína	0,75	0,8
% grasa	0,05	< 0,01
% cenizas	0,6	0,80
Valor pH	6,1	4,6

Los valores se dan en % en peso

25 Referencia: Zadow, J.G.: Whey and lactose processing, Elsevier Applied Science, 1992.

Si el suero se trata por medio de ultrafiltración para recuperar proteínas valiosas, el flujo de producto con contenido bajo de proteínas es el llamado permeado de suero. El permeado de suero por lo tanto también es un subproducto de la fabricación de queso que corresponde durante la recuperación de proteínas del suero por medio de ultrafiltración.

30 Su uso en procesos lácteos posteriores y producción alimentaria está limitado debido al alto contenido en minerales y el bajo dulzor. Por lo tanto, por el momento el permeado de suero se pone en el mercado como un producto de bajo valor prácticamente predispuesto a no ser de valor por su uso en aplicaciones de fertilizantes y como un alimento para el ganado.

35 Son deseables aplicaciones de permeado de suero que creen más valor. Esto se podría lograr proporcionando un método para transformar el permeado de suero en una materia prima para “aplicaciones en seco” tales como confitería, bizcochos, bebidas sin alcohol en polvo y otras categorías.

En el pasado, el suero dulce en polvo (SDP) ha sido empleado como un sustituto de bajo precio de la sacarosa en confitería y, en particular, en chocolate. Sin embargo, cualquier incremento del contenido de SDP y, por tanto, reducción de los costes de los ingredientes está limitado por

40 - el contenido de minerales que lleva a sabores a rancio indeseables.

- el contenido alto de a-lactosa, que es la forma cristalina de lactosa que normalmente resulta a partir del secado por atomización y que causa una sensación en la boca a polvo y falta de dulzor, siendo ambos indeseables en productos de chocolate, y, independientemente,
- las proteínas del suero presentes en SDP no están disponibles para otras aplicaciones más beneficiosas económicamente tales como productos nutritivos valiosos aunque parece que no tienen funcionalidad en productos de chocolate.

En particular en vista de lo anterior, es deseable sustituir el SDP de los productos de chocolate por otra materia prima que esté disponible a menor coste, por ejemplo, una materia prima en polvo que deriva de suero, en particular, permeado de suero.

- 10 Es esencial que tal materia prima para aplicaciones en seco tenga propiedades de sabor y procesabilidad impecables, en decir sin sabores a pasado salados o metálicos y una tendencia baja a coagular. Lo último es importante no sólo por las últimas aplicaciones sino también durante la fabricación, por ejemplo, mediante secado por atomización. Se pueden lograr propiedades coagulantes ventajosas si se evita la formación de formas amorfas de lactosa durante el secado. Además, el permeado de suero que se origina a partir de requesón y producción de caseína se sabe que es difícil de secar debido a su alto contenido en ácido láctico. Tiende a aglomerarse y a formar grumos tras el secado por atomización. Independientemente, se ha encontrado un método para bajar el contenido mineral del permeado de suero.

El objeto de eliminar minerales del suero y del permeado de suero se ha tratado por ejemplo en los siguientes documentos de la técnica previa:

- 20 Zadow (en "Whey and Lactose Processing", Elsevier 1992, páginas 83-85) describe los procesos de intercambio de iones, cristalización de lactosa y secado por atomización y muestra algunos enlaces entre ellos. La referencia muestra la influencia de la cristalización sobre la higroscopicidad del producto y, por tanto, sobre la procesabilidad durante el secado por atomización, pero la referencia no enseña que esta etapa no es suficiente para lograr buena procesabilidad, sino que es necesaria una etapa de desmineralización previa. Se podría mostrar que las propiedades de coagulación del polvo disminuyen significativamente si se logra un grado de desmineralización más alto.

- 25 La patente WO02/50089 describe un método para la purificación de lactosa en un producto de suero que comprende dos etapas de desmineralización y una cristalización adicional. La segunda etapa de desmineralización incluye la adición de alcohol para precipitar minerales. Por tanto, esta referencia se relaciona con la producción de lactosa comestible muy purificada (99,8%), mientras que la presente invención tiene el objeto de proporcionar un suero en polvo que tiene un contenido de lactosa más alto de 80%, preferentemente más alto de 85%, pero más bajo de 95%. El tratamiento de suero con resina de intercambio de iones se menciona como un método adecuado para la primera etapa de desmineralización para eliminar iones divalentes, aunque se discuten las desventajas de una etapa de intercambio de iones. Según la presente invención se eliminan iones tanto divalentes como monovalentes mediante un proceso de intercambio de iones.

La patente de EEUU 2003/0000894 describe un proceso para el tratamiento de líquidos, tal como un caldo de fermentación de ácido cítrico, que incluye una nanofiltración y una etapa de intercambio de iones.

- 40 La patente de EEUU 06.475.390 y la patente EP-A-01541032, ambas emanan de PCT/AU98/00588, describe un proceso para purificar moléculas biológicas, tales como lactosa, a partir de corrientes lácteas, tal como permeado de suero dulce o permeado de suero ácido, que combina dos etapas de mineralización: se usa un intercambio de cationes para eliminar cationes divalentes en la primera etapa y se usa nanofiltración para eliminar iones monovalentes en la segunda etapa. El permeado de la etapa de nanofiltración se usa para regenerar la resina de intercambio de iones. Por el contrario, según la presente invención también se usa un intercambiador de aniones para lograr un grado más alto de desmineralización en términos de aniones.

- 45 La patente EP-A-0083325 describe un proceso para la fabricación de un edulcorante, en el que se disuelve lactosa en agua y posteriormente se hidroliza a glucosa y galactosa por medio de un intercambio de cationes fuertemente acidificado.

- 50 Las patentes EEUU 4.971.701, EEUU 6.033.700, EP-A-0315135, y EP-A-0835610 describen procesos para eliminar al menos una parte de las sales contenidas en el suero por medio de electro-desionización usando membranas de intercambio de iones. La patente EEUU 6.033.700 y EP-A-0835610 menciona que las leches desmineralizadas y derivados pueden ser útiles para sustituir leche desnatada en la fabricación de chocolate de confitería. El suero ácido y el suero dulce obtenidos a partir de una etapa de ultrafiltración se mencionan como materiales de inicio para el proceso de desionización descrito. Sin embargo, ninguna de estas referencias de técnicas previas contiene cualquier enseñanza referente a las propiedades organolépticas de los productos de suero desmineralizado obtenidos y su adecuabilidad en confitería tal como chocolate y otros productos.

La patente EEUU 2.477.558 describe la fabricación de lactosa cruda de alto grado a partir de suero.

La presente invención se dirige a proporcionar una solución a los problemas señalados de aquí en adelante, en concreto para proporcionar un proceso para producir suero en polvo adecuado para usar en bizcochos, bebidas sin alcohol en polvo y en confitería, en particular, en productos de chocolate.

Compendio de la invención.

- 5 La presente invención se refiere a un proceso en el que la combinación de suero y permeados de suero se puede transformar en polvos que tienen un contenido bajo en minerales, una higroscopicidad baja, y propiedades organolépticas ventajosas mediante una combinación de desmineralización de intercambio de iones y cristalización.

Descripción detallada de la invención.

I. Proceso

- 10 a) Proporcionar el permeado de suero.

En el contexto de la presente invención, el término “permeado de suero” se refiere a suero que se ha separado a partir de la cuajada. Las técnicas adecuadas para separar el suero a partir de la cuajada incluyen ultrafiltración (UF) y nanofiltración (NF). Dependiendo de la técnica mediante la que se ha obtenido el permeado de suero, a continuación será referido como “permeado de suero UF” y “permeado de suero NF”, respectivamente.

- 15 La ultrafiltración es una diversidad de membranas de filtración en las que la presión hidrostática presiona un líquido contra una membrana semipermeable. Los sólidos y solutos suspendidos de alto peso molecular se retienen, mientras que el agua y los solutos de bajo peso molecular pasan a través de la membrana. Este proceso de separación es adecuado para purificar y concentrar disoluciones macromoleculares, es decir, disoluciones que contienen compuestos que tienen un peso molecular en el intervalo de aproximadamente 10^3 a 10^6 Da, especialmente disoluciones de proteínas.

En el contexto de la presente invención, el término “permeado de suero” incluye cualquier permeado de suero, es decir permeado de suero UF, permeado de suero NF y sus mezclas. Ya que el suero de proteína se puede señalar como producto nutritivo valioso, es ventajoso desde el punto de vista económico separar la proteína de suero del suero antes del procesado posterior del suero.

- 25 En una realización preferente de la presente invención, se usa una combinación de permeados de suero de diferentes fabricaciones de queso.

La presente invención se refiere a permeados de suero o combinados de los mismos con alta variabilidad en la composición del suero de entrada. Generalmente, los permeados de suero usados en la presente invención tienen bajo contenido de proteínas y alto contenido de minerales.

- 30 Comúnmente al contenido de minerales también se le refiere y se determina como contenido de cenizas. Por tanto el término “cenizas” comprende todos los compuestos que no están considerados orgánicos o agua. Estos son los compuestos que permanecen (como “cenizas”) después de quemar una muestra, y consiste mayoritariamente en óxidos de metales. Incluye sales tales como sales que comprenden iones de metales alcalinos, metales alcalino
- 35 Mn, Fe, Si e iones que derivan del fósforo, pero también pueden estar presentes otros iones.

El permeado de suero usado en la presente invención además está caracterizado por las siguientes características:

Proporción ceniza/lactosa: 0,13 o más alta, por ejemplo 0,16 o más alta.

Proporción ceniza/materia seca: 7% o más alta.

- 40 El contenido absoluto de lactosa depende de la concentración y por tanto del contenido total de sólidos del producto de entrada.

Preferentemente, el permeado de suero se pasteuriza antes de procesado posterior.

- 45 El significado del término “pasteurización” es bien conocido por el experto en la técnica. En general, se refiere a cualquier método de calentamiento de alimentos con el propósito de matar organismos dañinos tales como bacterias, virus, protozoos, mohos, y levaduras. Al contrario que la esterilización, la pasteurización no pretende matar todos los microorganismos en el alimento. En vez de esto, la pasteurización tiene el objetivo de lograr una reducción del número de organismos viables en varias órdenes de magnitud de modo que es improbable que causen enfermedad (asumiendo que el producto pasteurizado está refrigerado y se consume antes de su fecha de caducidad).

- 50 Hay dos métodos ampliamente usados para pasteurizar leche: alta temperatura/corto tiempo (HTST), y ultra alta temperatura (UHT). HTST es con mucho el método más común. Implica mantener la leche a una temperatura de 72°C durante al menos 15 segundos. UHT implica mantener la leche a una temperatura de 138°C durante al menos

dos segundos. Los métodos de pasteurización normalmente están estandarizados y normalizados por las autoridades nacionales de seguridad alimentaria. Hay diferentes estándares para diferentes productos lácteos, dependiendo del contenido en grasa y del uso que se pretende.

5 Generalmente, en la presente invención, se puede emplear cualquier método adecuado para lograr una reducción del número de microorganismos viables en leche por el factor 10^{-5} . Esto está considerado adecuado para destruir casi todas las levaduras, mohos, y bacterias causantes de deterioro y también para asegurar la adecuada destrucción de organismos patógenos comunes resistentes al calor que incluyen particularmente Mycobacterium tuberculosis, que causa tuberculosis y Coxiella burnetii que puede estar presente en el permeado de suero. Los procesos se deben diseñar de modo que el permeado de suero se calienta uniformemente, y no hay parte del permeado de suero que esté sometida a un tiempo más corto o a una temperatura más baja.

10 En la presente invención, es preferente aplicar un tratamiento de pasteurización HTST al permeado de suero. Un procedimiento típico puede incluir calentar el permeado de suero desde su temperatura de almacenamiento a 74°C durante 13,5 segundos y después enfriarlo inmediatamente a una temperatura de aproximadamente 4°C.

b) Desmineralización.

15 El permeado de suero se desmineraliza mediante un proceso de intercambio de iones, es decir pasando el permeado de suero por una resina de intercambio de cationes y una resina de intercambio de aniones.

20 El término "intercambio de iones" se refiere a un proceso químico reversible en el que los iones se intercambian entre una disolución y un intercambiador de iones, normalmente esto es un sólido insoluble o gel. Intercambiadores de iones típicos son resinas reintercambio de iones, zeolita, montmorillonita, arcilla. Ya que las propiedades de las resinas de intercambio de iones se pueden ajustar según los requerimientos de un proceso específico, son preferentes las resinas de intercambio de iones con respecto a la presente invención. Las resinas deberían permitir una eliminación uniforme de diferentes iones, por ejemplo como se logra con las resinas Lewatit S100 y MP 62, o también actuar con iones específicos si, debido al pretratamiento, algunos iones ya se hubieran eliminado.

25 En el mercado están disponibles bajo diferentes nombres comerciales numerosos tipos de resinas de intercambio de iones para la presente invención.

30 La temperatura del permeado de suero durante la etapa de desmineralización puede estar en el intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 10°C. Normalmente se monitoriza la conductividad, valor Brix y valor de pH del permeado de suero durante la desmineralización. El grado de desmineralización (GD) es, dependiendo de la constitución del permeado de suero de entrada o de la combinación de permeado de suero, al menos 90%, preferentemente 95% y se calcula según la siguiente ecuación:

$$GD = (IA - ID) / IA$$

donde

IA es la concentración de iones en mol/l en el permeado de suero antes de la etapa de intercambio de iones y

AD es la concentración de iones en mol/l en el permeado de suero después de la etapa de intercambio de iones.

35 En particular, se debe lograr el siguiente grado de desmineralización de iones específicos:

Cloro: 95% o más

Iones derivados de fósforo: 85-95%

Calcio: 60-70%

Potasio: 90% o más

40 Sodio: 90% o más

Magnesio: 50% o más.

c) Cristalización de lactosa.

La etapa de cristalización comprende concentrar el permeado de suero desmineralizado antes de un periodo de reposo durante el que se forman los cristales de lactosa.

45 La concentración del permeado de suero desmineralizado preferentemente se logra por evaporación parcial que se puede llevar a cabo por cualquier método de evaporación comúnmente conocido en la técnica. Típicamente, el permeado de suero desmineralizado se calienta a una temperatura elevada para reducir el tiempo necesario para la etapa de evaporación parcial. La evaporación se controla monitorizando la densidad del permeado de suero desmineralizado. Después de que se ha logrado la densidad deseada del permeado de suero desmineralizado, el

- permeado de suero desmineralizado se transfiere a un recipiente de cristalización. Si la evaporación se ha llevado a cabo a temperatura elevada, esta temperatura debería mantenerse durante la transferencia para evitar cristalización prematura fuera del recipiente de cristalización. La cristalización prematura, por ejemplo, en el tubo entre el equipamiento de concentración y el equipamiento de cristalización es indeseable ya que puede llevar a la formación de depósitos que complican la limpieza y mantenimiento del equipamiento y pueden incluso provocar atasco. En la última etapa del evaporador se debería mantener una alta temperatura para evitar cristalización espontánea de la lactosa (más alta de alrededor de 45°C).
- El contenido total de sólidos después de la evaporación, es decir en un evaporador de cuatro etapas, debería ser lo más alto posible, al menos 55%, preferentemente al menos 60%. Para determinar el contenido total de sólidos, el producto se seca a 102°C. El tiempo de secado depende del producto (de 3 a 6,5 horas). El contenido total de sólidos se calcula como la proporción entre el peso después y antes del secado.
- El periodo de reposo es esencial para formar cristales de lactosa. Sólo si la mayor parte de la lactosa, determinada como monohidrato de alfa-lactosa, se cristaliza antes del secado por atomización del permeado de suero concentrado, se obtiene un resultado satisfactorio durante el secado.
- La cristalización, por ejemplo en un tanque de cristalización Terlet, se puede llevar a cabo entre 2°C y 20°C. al menos el 80% de la lactosa debería estar en forma de cristal. El grado de cristalización se determina según el procedimiento de K. Roetman y J.J. Mol como se describe en Voedingsmiddelentechnologie, 7 (1974), W44-W45 (en idioma alemán). El tiempo de cristalización puede estar entre 2 horas y 24 horas dependiendo del material de entrada. El contenido total de sólidos preferente antes y después de la cristalización es 55% o más alto, más preferentemente 60% o más alto. Así, por ejemplo, se puede obtener un tamaño medio de cristal d_{50} de 60 μm y d_{90} de 200 μm .
- d) Secado por atomización del permeado de suero.
- El permeado de suero parcialmente cristalizado de la etapa c) se seca por atomización bajo las siguientes condiciones:
- Temperatura del aire de entrada: 160-190°C, preferentemente 170-185°C, más preferentemente 180-185°C
- Temperatura de salida: 70-90°C, preferentemente 75-85°C, más preferentemente 80-85°C.
- Para esta etapa del proceso, se puede usar una atomización con o sin lechos de fluido integrados (externos o internos). Tales aparatos están disponibles comercialmente.
- II. Suero en polvo modificado.
- El SPM según la presente invención se puede caracterizar por los siguientes parámetros:
- Contenido de lactosa: 80-95%, preferentemente 85-95%, lo más preferente 85-90%
- Contenido de proteína: 0-3%, preferentemente 0,5-2%, lo más preferente 0,5-1,5%
- Contenido de cenizas: 0,5-2%, preferentemente 0,5-1,5%, lo más preferente 0,9-1,5%
- En realizaciones preferentes particulares, el contenido de cenizas está más especificado en los siguientes componentes que están presentes en los siguientes intervalos:
- Sodio: 6.000 mg/kg o menos, más preferentemente 5.000 mg/kg o menos
- Cloro: 3.620 mg/kg, más preferentemente 1.000 mg/kg o menos
- Potasio: 10.000 mg/kg o menos, más preferentemente 4.000 mg/kg o menos
- El contenido de proteína se determina por el método Kjeldahl.
- El contenido de lactosa se determina por su hidrolización en D-glucosa y D-galactosa usando la enzima β -galactosidasa y agua. D-galactosa se oxida mediante nicotinamida adenina dinucleótido (NAD) a ácido D-galactónico en presencia de la enzima β -galactosa deshidrogenasa (Gal-DH). En esta etapa, se forma NADH en una cantidad estequiométrica a la cantidad de D-galactosa. La absorbancia adicional de NADH a una longitud de onda de 340 nm comparada con la forma oxidada NAD permite la determinación de la cantidad de lactosa por medio del incremento de la absorbancia a t 340 nm.
- El contenido de cenizas se determina reduciendo a cenizas la muestra en un horno mufla a 550°C y calculando la proporción entre el peso después de reducir a cenizas y el peso antes de reducir a cenizas.
- El contenido de potasio y sodio se analiza por espectrometría de masas con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS).

El contenido de cloro se determina por titulación.

III. Producto que comprende el suero en polvo modificado.

5 El SPM obtenible mediante el proceso según la presente invención es adecuado como un ingrediente de composiciones para la fabricación de productos de confitería o bizcochos, productos con bajo contenido en agua, por ejemplo galletitas saladas y productos donde el sabor salado o metálico afecta a la percepción organoléptica. Se puede usar como un sustituto de azúcar y suero dulce en polvo (SDP) pero también como un sustituto de leche desnatada en polvo (LDP). En particular, puede sustituir azúcar y/o LDP sin efectos negativos sobre las propiedades organolépticas de tales productos, tales como, por ejemplo, sabor y sensación en la boca.

10 Un producto preferente que comprende el SPM preparado mediante el proceso de la presente invención es chocolate. En pruebas de consumo, las formulaciones de chocolate en las que al menos parte del azúcar y LDP se sustituyó por SPM preparado mediante el proceso según la presente invención mostraron tener propiedades organolépticas similares o incluso mejores que las formulaciones estándar.

15 Una formulación de chocolate particularmente preferente comprende de aproximadamente 6 a 20% en peso de SPM según la presente invención. Así, el contenido de azúcar y LDP se puede reducir a aproximadamente 20% en peso. Una formulación típica de chocolate comprende las siguientes cantidades de ingredientes:

Ingredientes	Ingrediente de cacao	Azúcar	Ingrediente de leche	SPM
(%)	28%	41%	16%	6%

El término “ingrediente de cacao” se usa para una combinación de licor de cacao y manteca de cacao. El término “ingrediente de leche” se usa para una combinación de leche desnatada en polvo y grasa de leche anhidra.

Ejemplos

20 Procesado de SPM de permeado de suero.

Se produjeron diez lotes SPM de permeado de suero según los siguientes procedimientos.

	Ejemplos comparativos									
	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10
Pasteurización	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Tratamiento de calor/pH	↓	↓	+	↓	+	↓	↓	+	↓	+
Intercambio de iones	+	↓	↓	↓	↓	+	↓	↓	↓	↓
Nanofiltración	↓	+	+	↓	↓	↓	+	+	↓	↓
Evaporación	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Cristalización/secado por atomización	+	+	+	+	+	↓	↓	↓	↓	↓
Secado con rodillo						+	+	+	+	+

+ tratamiento indicado se ha llevado a cabo

↓ sin tratamiento

Descripción de las etapas individuales del procesado

25 a) Pasteurización

Se proporcionaron 25.000 l de permeado de suero en dos cisternas a una temperatura de 8,2°C y 8,1°C, respectivamente. Después de la descarga y antes del procesado, el permeado de suero se pasteurizó durante 13,5 segundos a 74°C en un pasteurizador (Alfa Laval) que tiene una capacidad de 10.000 l/h. Después de la pasteurización, el permeado de suero se enfrió a aproximadamente 4°C.

b) Tratamiento de calor/pH

Directamente después de la pasteurización y enfriamiento, el pH de los 15.000 l de permeado de suero pasteurizado se ajustó a pH 8,0 con NaOH acuoso (concentración de NaOH: 33% en peso). Después de almacenarse durante la noche, el pH disminuyó a 7,7 y el pH se reajustó a 8,0. En total se añadieron 65,7 kg de NaOH (concentración de NaOH: 33% en peso).

5 La temperatura del suero se incrementó a 61-63°C por medio de un intercambiador de calor APV que tenía una capacidad de 5.500 l/h. El intercambiador de calor se ensució por fosfato de calcio que precipitaba del permeado de suero. Después de la pasteurización de 7.500 l de permeado de suero, el intercambiador de calor se limpió con ácido nítrico. No fue necesaria limpieza adicional para calentar los 15.000 l de permeado de suero.

10 Después de aproximadamente 30 minutos, el permeado de suero calentado se centrifugó en un bactófugo (Westfalia Separator AG) que tiene una capacidad de 4.500 l/h. el sedimento se eliminaba cada 600 segundos con aproximadamente 11 l de agua. Después de la centrifugación, el fosfato de calcio que quedaba visible en el sobrenadante se determinó con una centrífuga de laboratorio (6 min, 3.300 g). Después de la centrifugación, el valor del pH del sobrenadante de los lotes M3 y M8 disminuyó a 5 usando HCl acuoso (concentración de HCl: 33% en peso).

15 c) Intercambio de iones

El permeado de suero pasteurizado se desmineralizó en un intercambiador de cationes (resina Lewatit S100 (K1)) y un intercambiador de aniones (resina Lewatit MP62 (A1)). Regularmente se comprobó la conductividad, grados Brix y pH del permeado de suero (cada 6 minutos al final del ciclo) para determinar si la capacidad de las columnas de intercambio de iones aún era suficiente para eliminar los iones. La temperatura del permeado de suero permaneció entre 4 y 10°C durante el proceso y la muestra se enfrió con agua helada a 4°C después del intercambio de iones. Las columnas se enjuagaron con agua y se recolectó el suero diluido hasta que se alcanzó un valor Brix de 5°Bx. La capacidad de las columnas de intercambio de iones disminuyó después del primer ciclo. El procedimiento de regeneración se extendió para incrementar la capacidad de las columnas. Durante los primeros ciclos la columna de intercambio de aniones era la columna limitante siendo la etapa más lenta. En la siguiente tabla se da la salida de los ciclo del intercambio de iones:

Lote	Ciclo 1 (l)	Ciclo 2 (l)	Ciclo 3 (l)	Ciclo 4 (l)	Total (l)
M1	400 ¹⁾	580	700 ²⁾	700 ²⁾	2.380
M6 ^{§)}	750	630	580	160 ¹⁾	2.120

§) ejemplo comparativo

1) permeado de suero desalado se dividió en los lotes M1 y M6

2) decremento del flujo de producto al 30% del flujo máximo después de aproximadamente 45 minutos.

30 Para incrementar la capacidad total, el flujo de producto en la segunda parte de los ciclos disminuyó. Esto resultó en un incremento de la capacidad de enlace de las columnas de más de 20%. El permeado de suero desmineralizado tenía las siguientes propiedades:

Después del intercambio de cationes:	pH inicial	1,5-2,0
	pH final	2-4
	Conductividad inicial	10-11 mS
	Conductividad final	6-10 mS
	Contenido de sólidos inicial	Aproximadamente 8,5 °Bx
	Contenido de sólidos final	Aproximadamente 8,5 °Bx
Después del intercambio de aniones:	pH inicial	Aproximadamente 10
	pH final	Aproximadamente 4,5
	Conductividad inicial	Aproximadamente 1,1 mS
	Conductividad final	Aproximadamente 1,3 mS

ES 2 415 905 T3

Después del intercambio de pH inicial cationes:	1,5-2,0
Contenido de sólidos inicial	Aproximadamente 7,5 °Bx
Contenido de sólidos final	Aproximadamente 8,0 °Bx

d) Nanofiltración

El suero fue parcialmente desalado y concentrado en una unidad de nanofiltración de dos etapas usando las siguientes membranas (en paralelo y/o en serie):

- 1.1 Desal 5 DK 38-40 C 5,6 m² enrolladas en espiral Osmonics
- 5 1.2 NF-3838/48 FF 5,6 m² enrolladas en espiral Filmtec Dow Chemical
- 2.1 Desal 5 DK 5,6 m² enrolladas en espiral Osmonics
- 2.2. NF-3838-48 FF 5,6 m² enrolladas en espiral Filmtec Dow Chemical

Todos los lotes se desmineralizaron con un caudal de producto de aproximadamente 350 l/h y un caudal de retenido de aproximadamente 95 l/h como se muestra en la siguiente tabla:

Lote	M3 ^{§)} + M8 ^{§)}	M2 ^{§)} + M7 ^{§)}
Caudal de producto 1,1 (l/h)	350-330	35-300
Caudal de permeado 1,1 (l/h)	90-85	90-77
Caudal de permeado 1,1 (l/h)	105-95	100-78
Caudal de permeado 1,1 (l/h)	29-32	30-29
Caudal de permeado 1,1 (l/h)	18-32	15-30
Caudal de retenido (l/h)	93-82	99-83
P _{salida} final del ciclo (bar)	40,3	39,7
Volumen antes de nanofiltración (l)	4.500	4.270
Volumen después de nanofiltración (l)	1.205	1.195
Factor de concentración	3,7	3,6
Contenido final de sólidos (°Bx)	27	27

10 §) ejemplo comparativo

La temperatura del permeado de suero incrementó a aproximadamente 10°C antes de la nanofiltración y se enfrió con agua helada hasta aproximadamente 4°C después de la nanofiltración.

e) Evaporación

- 15 Los lotes M1, M4 a M6, M9 y M10 se calentaron a alrededor de 74°C antes de la evaporación en un evaporador de película descendente de 4 etapas (NIRO250). El caudal de producto era aproximadamente 1.700 l/h. Solo se usaron dos etapas porque la cantidad de permeado de suero era demasiado pequeña para usar la capacidad completa.

Los lotes M4 y M9, M5 y M10 se juntan y se evaporaron en dos etapas. Después de concentrar los lotes se dividieron. Los lotes M9 y M10 se mantuvieron a 60°C y se secaron con rodillo en el mismo día y los lotes M4 y M5 se transfirieron al tanque de cristalización.

- 20 Los lotes M1 y M6 se preconcentraron a 23-31° Bx y se después se concentraron en un evaporador de película descendente de 4 etapas diferente (Holvrieka).

Los lotes M1 a M3 y M6 a M8 se concentraron a aproximadamente 52-55° Bx. Estos lotes se calentaron a aproximadamente 74°C antes de evaporarse en un evaporador de película descendente de 4 etapas (Holvrieka). El caudal de producto era aproximadamente 260-320 l/h. Usando este evaporador, los lotes se podrían evaporar

ES 2 415 905 T3

satisfactoriamente. Los lotes M2 y M7 que estaban desmineralizados solo por medio de nanofiltración dieron algo de suciedad (precipitado blanco, presumiblemente causado por deposiciones de fosfato de calcio).

Los parámetros de procesado empleados para operar el evaporador NIRO250 se muestran en la siguiente tabla:

Lote	Cantidad inicial (l)	Contenido de sólidos	
		Al inicio (° Bx)	Al final (°Bx)
M1	2.400	7	28*
M6 ^{§)}	2.115	8	23
M4 ^{§)} + M9 ^{§)}	4.500	7	20
		20	53
M5 ^{§)} + M10 ^{§)}	4.800	8	22
		22	55

§) ejemplo comparativo

5 *) logrado con circulación en el evaporador

Los parámetros de procesado empleados para operar el evaporador Holvrieka se muestran en la siguiente tabla:

Lote	Cantidad inicial (l)	Contenido de sólidos	
		Al inicio (° Bx)	Al final (°Bx)
M1	640	28	52
M2 ^{§)#)}	560	25	54
M3 ^{§)}	600	26	52
M6 ^{§)}	600	23	52
M7 ^{§)#)}	620	25	53
M2 ^{§)}	575	25	53

§) ejemplo comparativo

#) se forma un precipitado blanco, fue necesario limpiar con ácido después de 2 horas

f) Cristalización de lactosa / secado por atomización

10 El permeado de suero concentrado se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 60°C durante el transporte a el/los tanque/s de cristalización para evitar cristalización prematura de la lactosa en el exterior de los tanques. El permeado de suero se enfrió rápidamente a 4°C y se agitó durante la noche a 4°C.

15 Los lotes se cristalizaron en un tanque de cristalización que tenía una capacidad de 1.000 l (Terlet). Después de 4 horas de cristalización en el tanque, se transportaron 220 l del lote M4 a dos tanques que tenían una capacidad de 110 l cada uno (Terlet).

20 Después de cristalizar durante la noche, se tomaron muestras de cada lote que se analizaron usando un microscopio óptico. Casi todos los cristales eran más pequeños de 1000 y con forma de hacha. En el lote M2 estaban presentes cristales más grandes, que presumiblemente estaban compuestos parcialmente por fosfato de calcio. Después de calentar la muestra a 90°C los cristales de lactosa se disolvieron (comprobado por medio de índice de refracción), pero el sobrenadante permaneció turbio. Los cristales del lote M1 eran los más pequeños. Esta disolución de lactosa contenía la cantidad más pequeña de minerales y los cristales se formaron más rápido que en otras disoluciones de suero concentrado.

25 Los lotes se secaron por atomización usando una secadora por atomización NIRO25 equipado con un atomizador de rueda rotativa. La velocidad de la rotación era 19.000 rpm. Otros parámetros relevantes de operación se muestran en la siguiente tabla:

ES 2 415 905 T3

	Temperatura de precalentamiento (°C)	Caudal del permeado (l/h)	Temperatura de salida (°C)	Contenido de humedad (%)**)	Cantidad de polvo (kg)	Cantidad de polvo barrido (kg)
M1	32	45	89	4,5	125	-
M2 ^{§)}	32	52	89	4,3	25	77
M3 ^{§)}	32	48	88-89	4,2	100	21
M4 ^{§)}	29	52	88	4,4		
M5 ^{§)}	32	52	88	4,3	-	

§) ejemplo comparativo

*) incluye grumos grandes

***) determinado por titulación de Karl-Fischer

Observaciones:

- 5 Lote M1: después de 1 hora se dio algo de suciedad en el cono (clima cálido, lluvioso). Esto se pudo limpiar fácilmente.
- Lote M2: después de 3 horas se paró el proceso de secado porque se dio demasiada suciedad. El polvo se podía barrer fácilmente de la pared del cono.
- 10 Lote M3: el secado se pudo llevar a cabo durante un máximo de 5 horas debido a la suciedad en el cono. En el fondo del cono se observó algo de formación de grumos y decoloración marrón.
- Lote M4: muy pegajoso y difícil de secar. Se dio suciedad en el cono. La disminución de la temperatura exterior a 85°C dio mas formación de grumos. El secado se paró y el cono se limpió después de 2 horas.
- Lote M5: muy pegajoso y difícil de secar. El proceso de secado se paró tres veces después de cada hora y el polvo se barrió. En el cono se formó una capa de polvo de aproximadamente 1,5 cm.
- 15 La temperatura exterior resultó ser muy crítica. Si la temperatura exterior era más alta de aproximadamente 90-92°C, el polvo se hacía gomoso y pegajoso. Si la temperatura exterior era más baja de 86°C el polvo estaba demasiado húmedo y también se hacía pegajoso.

El tamaño de partícula de los diferentes polvos se da en la siguiente tabla:

Lote	D (v, 0,5) (µm)	D (v, 0,1) (µm)	D (v, 0,9) (µm)
M1	72	27	134
M2 ^{§)}	66	18	136
M3 ^{§)}	64	16	131
M4 ^{§)}	50	15	698
M5 ^{§)}	40	12	102

§) ejemplo comparativo

- 20 *) dos picos, algunos grumos

D (v, 0,1) significa que 10% (del volumen o masa total) del polvo son partículas que están por debajo de cierto valor (por ejemplo 27 micrómetro en el lote M1).

D (v, 0,5) significa que 50% (del volumen o masa total) del polvo son partículas que están por debajo de cierto valor (por ejemplo 72 micrómetro en el lote M1).

- 25 D (v, 0,9) significa que 90% (del volumen o masa total) del polvo son partículas que están por debajo de cierto valor (por ejemplo 134 micrómetro en el lote M1).

g) Secado por rodillo

ES 2 415 905 T3

Los lotes concentrados se secaron en una secadora de tambor tipo T5/5 de GMF Gouda que tiene una superficie total de 1,5 m². Los copos se molieron usando un molino de polvo de GMF Gouda.

Se emplearon los siguientes parámetros de proceso:

	M6 ^{§)}	M7 ^{§)}	M8 ^{§)}	M9 ^{§)}	M10 ^{§)}
Presión de vapor (bar)	3	3,4-4	3-3,4	2,5	2,5
Velocidad del tambor (rpm)	1,71	3-4	1,71	Var.	Var.
Distancia de los tambores (mm)	0,2	0,2	0,1-0,3	Var.	Var.
Anchura del hueco (mm)	50-100	40	50-100	100-500	100-500
Temperatura de alimentación (°C)	65-80	66-76	65-89	92	92
Temperatura de cuchilla (°C)	Alrededor de 99	-	-	-	-
Temperatura del producto (°C)	Alrededor de 74	-	Alrededor de 70	-	-
Estructura/ color	Copos amarillo dorados	Copos amarillo dorados	Copos amarillo dorados	Oscuro, líquido	Oscuro, líquido
Capacidad (kg/h)	20	20	15-20	-	-
Contenido m.s.* (%)	0,4-1,0	1,5-2,2	1,8-3,3	2,7	n.d.
Cantidad de producto (kg)	108	-	-	0	0

§) ejemplo comparativo

5 *) contenido de materia seca

Los lotes M9 y M10 contenían la cantidad mayor de sal y no se pudieron obtener copos, aunque las condiciones de procesado (presión de vapor, velocidad del tambor, anchura del hueco, temperatura de alimentación) variaron.

Del lote M6 se obtuvieron buenos copos secos.

10 Los lotes M7 y M8 eran ligeramente más pegajosos y marrones después de la producción. Presumiblemente, esto está relacionado con la mayor cantidad de minerales.

15 La capa de producto sobre los tambores depende de la viscosidad y materia seca del producto en el hueco y de la anchura del hueco. Para lograr una calidad de polvo buena y constante, el hueco entre los huecos tiene que ser pequeño para minimizar la pérdida de humedad y la decoloración marrón. La anchura del hueco tiene que ser constante para lograr un espesor de capa constante sobre los tambores. Durante la producción, los agujeros se bloquearon parcialmente por la formación de cristales de lactosa que se eliminaron manualmente.

Polvo de suero modificado.

Por tanto, los lotes de polvo de suero modificado que se obtuvieron tenían la siguiente composición:

Lote	Proteína	Lactosa	Cenizas	Potasio	Sodio	Cloro
	(%)	(%)	(%)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
M1	2,0	90,7	1,0	2.420	736	< 30

ES 2 415 905 T3

Lote	Proteína	Lactosa	Cenizas	Potasio	Sodio	Cloro
M2	2,31	71,20	4,62	11.600	2.450	380
M3	2,58	79,00	4,76	13.400	6.410	620
M4	4,69	67,60	1,21	38.700	8.790	2.490
M5	2,57	76,00	8,14	25.100	12.100	1.630
M6	1,98	85,10	1,64	1.960	700	30
M7	2,61	82,40	5,37	14.600	3.070	40
M8	2,69	75,30	4,73	14.700	7.060	620

Formulaciones de chocolate:

Se prepararon las siguientes formulaciones y se ensayó la aceptación por el consumidor. Todas las formulaciones se moldearon en formato 100 g de tamaño.

N°	Lote SPM	Cantidad de ingrediente					Proporción de los componentes (%)*			
		Ingrediente de cacao	Azúcar	Ingrediente de leche	SPM	α-lactosa /lactosa total	Minerales/ lactosa	Iones monovalentes/ todos los iones		
1 ^{§)}	-	27,7	45,3	17,3	-	n.a.	n.a.	n.a.		
2 ^{§)#)}	-	27,7	45,3	17,3	-	n.a.	n.a.	n.a.		
3	M1	27,7	40,5	16,1	6	82	0,90	31,5		
4 ^{§)}	M2	27,7	40,5	16,1	6	88	3,79	53,5		
5 ^{§)}	M6	27,7	40,5	16,1	6	15	1,05	30,2		
6 ^{§)}	M7	27,7	40,5	16,1	6	17	4,02	53,5		
7 ^{§)}	M8	27,7	40,5	16,1	6	13	3,86	77,04		
8	M1	28,2	40	16,13	6	82	0,90	31,5		
9 ^{§)}	M6	28,2	40	16,13	6	15	1,05	30,2		
10 ^{§)}	M6	27,7	37,2	15,34	10	15	1,05	30,2		

§) ejemplo comparativo

#) el producto se remoldeó

+) basado en el producto de suero modificado M1 a M6, respectivamente

Procedimiento del ensayo:

Se invitó a los consumidores (N = 150) a evaluar las formulaciones de chocolate en base a 5 criterios. Se empleó para la evaluación una escala hedónica de 9 puntos.

N°	General	Gusto				
		Derretimiento en la boca	Dulzor	Sabor a leche	Sabor a chocolate	Retrogusto
8	7,05	6,93	6,68	6,93	6,68	6,78

Gusto							
Nº	General	Derretimiento en la boca	Dulzor	Sabor a leche	Sabor a chocolate	Retrogusto	
3	6,81	6,45	6,58	6,72	6,50	6,62	
1 ^{S#)}	6,81	6,68	6,57	6,53	6,49	6,50	
2 ^{S#)}	6,81	6,58	6,59	6,75	6,56	6,63	
10 ^{S)}	6,78	6,56	6,49	6,72	6,61	6,69	
9 ^{S)}	6,77	6,57	6,66	6,91	6,47	6,77	
7 ^{S)}	6,75	6,34	6,44	6,60	6,38	6,30	
5 ^{S)}	6,66	6,45	6,30	6,58	6,32	6,40	
4 ^{S)}	6,58	6,21	6,42	6,49	6,34	6,31	
6 ^{S)}	6,54	6,21	6,28	6,56	6,23	6,32	

S) ejemplo comparativo

#) el producto se remoldeó

Como resultado, las formulaciones de chocolate n° 3 y 8, que ambas contenían SPM de tipo 1, se evaluaron como las mejor aceptadas por el consumidor, en términos de gusto general.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir polvo de suero modificado que tiene un contenido de lactosa de 80 a 95%, un contenido de proteína de 0,5 a 2% y un contenido de cenizas de 0,5 a 2%, a partir de permeado de suero o mezclas del mismo que consiste en:
 - 5 a. Proporcionar permeado de suero por ultrafiltración o nanofiltración a partir de cuajada y opcionalmente pasteurización,
 - b. Desmineralizar el permeado de suero mediante un proceso de intercambio de iones caracterizado por el paso del permeado de suero a través de una resina de intercambio de cationes y una resina de intercambio de aniones,
 - 10 c. Cristalizar al menos parcialmente la lactosa contenida en el permeado de suero
 - d. Secar por atomización el permeado de suero.
2. Un proceso según la reivindicación 1, en el que el grado de desmineralización GD en la etapa b) es al menos 90%, en el que el GD se calcular como:
$$GD = (IA / ID) / IA$$
- 15 En el que IA es la concentración de iones en moles/l en el permeado de suero antes de la etapa de intercambio de iones y ID es la concentración en moles/l después de la etapa de intercambio de iones.
3. Un proceso según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la etapa c) se cristaliza al menos el 80% de la lactosa.