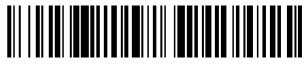




# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: 2 586 763

51 Int. Cl.:

**A23C 9/18** (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 19.01.2012 E 12703610 (1)
 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 18.05.2016 EP 2665365

(54) Título: Método para producir leches sólidas

(30) Prioridad:

19.01.2011 FR 1150418

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 18.10.2016

(73) Titular/es:

N.V. NUTRICIA (50.0%) Eerste Stationsstraat 186 2712 HM Zoetermeer, NL y EUROTAB (50.0%)

(72) Inventor/es:

RASTELLO-DE BOISSESON, MARIE; BONNEAU, ERIC y COENEN, GERARDUS JOHANNES

(74) Agente/Representante:

**TOMAS GIL, Tesifonte Enrique** 

#### Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

# **DESCRIPCIÓN**

Método para producir leches sólidas

Campo de la invención

5

[0001] La presente invención se encuentra en el campo de la nutrición y se refiere a un método para producir leches sólidas y a los productos obtenidos por tal método.

Antecedentes de la invención

10

- [0002] En la industria alimentaria hay una constante búsqueda para aumentar la conveniencia de los productos alimenticios.
- En particular los productos que contienen leche necesitan un cuidado específico para mejorar el tiempo de conservación.
- 15 Desde hace mucho tiempo los productos lácteos se producen en forma de un polvo seco.
  - El tiempo de conservación de los productos secos es mucho más largo que el tiempo de conservación del producto lácteo fresco.
  - Los polvos, sin embargo, no son muy convenientes ya que se necesita algún tipo dispositivo de medición para medir la dosis adecuada al disolver el polvo.

20

- [0003] Para resolver el problema de la dosificación, se ha propuesto usar "leches sólidas" que son leche en polvo compactada o comprimida.
- El tamaño medio de las partículas de la leche está típicamente comprendido en la gama de 30 μm a 700 μm, preferiblemente en la gama 60 μm a 400 μm, más preferiblemente en la gama 75 μm a 300 μm.
- La leche sólida limitada por una superficie exterior es generalmente proporcionada en forma de comprimidos, gránulos o píldoras teniendo típicamente un tamaño lateral en el rango de al menos unos pocos milímetros a unos pocos centímetros, tal como típicamente teniendo una forma cúbica (y superficie exterior) de 25 mm de lado o alrededor o una forma cilíndrica (y superficie exterior) de 25 mm de diámetro o alrededor y un peso alrededor de 2 g a 10 g, preferiblemente alrededor de 4 a 5 g. Este es el campo de la invención.

30

- [0004] Tal leche sólida combina las ventajas de la leche en la forma en polvo con respecto al periodo de almacenamiento y estabilidad con las ventajas de la forma sólida, que se puede manejar fácilmente y que puede también ser predosificada para la preparación de una bebida láctea dada.
- 35 [0005] Al fabricar los comprimidos a partir de polvos que contienen leche, diferentes problemas surgen relacionados con la solubilidad y dureza de los comprimidos.
  - En general cuanto más duro es el comprimido más baja es su solubilidad.
  - Además debido a la presión usada para compactar una leche en polvo, se puede liberar grasa emulsionada dando como resultado un contenido de grasa libre aumentado del comprimido.
- Como es de conocimiento común, la grasa libre tiene un impacto negativo en el tiempo de conservación de los productos lácteos, debido a la sensibilidad aumentada a la oxidación de la grasa libre.
  - Normalmente si el contenido de grasa libre es superior al 4 % en peso basado en el peso en seco del producto, esto llevará a la oxidación inaceptable de la grasa libre.
- 45 [0006] Soluciones a los problemas anteriores han sido propuestas en WO 2007/077970, WO 2010/073724 y EP 1048216.
  - Esos documentos del estado de la técnica revelan métodos alternativos para hacer comprimidos que comprenden leche o derivados lácteos.
- 50 [0007] Al tratar los polvos de leche o polvos que contienen leche en comprimidos, es importante que la capacidad del proceso sea suficientemente alta.
  - Por ejemplo, al producir una fórmula infantil, una capacidad de varias toneladas de fórmula infantil compactada al día debería ser realizable.
- Si un peso de comprimido medio es aproximadamente 4-5 gramos, 200.000 comprimidos representan aproximadamente 1 tonelada de polvo compactado.
  - Por ejemplo, una velocidad de fabricación de comprimidos de 750 comprimidos por minuto resultará en una velocidad de producción de aproximadamente 4.5 horas por tonelada de polvo. Un proceso de gran velocidad es por lo tanto necesario.
- 60 [0008] WO2007/077970 describe una leche sólida, cuyo volumen es entre 1 cm³ a 50 cm³, teniendo una porosidad de 30%-60%, un contenido de grasa igual o superior al 5% en peso, un contenido de agua entre 1% a 4% en peso. Tal leche sólida es creada por un método que comprende:
  - un paso de compresión para comprimir leche en polvo para obtener una forma sólida de leche en polvo comprimida con una fuerza de compresión entre 50KPa a 30MPa, la velocidad de compresión - que es la velocidad de movimiento del mortero en la máquina de moldear por compresión, obtenida por la división del desplazamiento de compresión por la duración de compresión - estando comprendida entre 0,1 mm/s a 100

mm/s, una duración de retención de compresión comprendida entre 0,1 s a 1 s - duración para mantener la presión de compactación máxima - siendo preferiblemente proporcionada; el tamaño de la leche en polvo (después de un proceso de secado por atomización) supone aproximadamente 5 µm a 150 µm;

- un paso de humidificación para la humidificación de la leche en polvo comprimida obtenida por el paso de compresión, cuya duración está comprendida entre 5 s a 1 h a una temperatura comprendida entre 30°C a 100°C, por lo que una parte de la partícula de leche en la proximidad de la superficie de la leche en polvo comprimida se funde para ser extendida;
- y un paso de secado para el secado de la leche en polvo comprimida humedecida por el paso de humidificación, cuya duración está comprendida entre 12 s a 2 h.

[0009] Cada uno de los tres pasos de tal método teniendo una duración significativa, la duración total del proceso es larga y, como consecuencia, no permite obtener un índice de producción satisfactorio.

Además, la posibilidad de contaminación microbiana es aumentada.

- 15 [0010] WO 2007/077970 declara que la dureza de la leche sólida puede estar entre 30 N y 200 N pero faltó tener en consideración el otro parámetro físico clave que es la friabilidad.
  La friabilidad refleja la pérdida de polvo de la leche sólida después de haber caído según condiciones predeterminadas y se pueden medir con la ayuda de un friabilómetro.
- [0011] WO 2010/073724 describe una misma especie de leche sólida, fabricada según un método que comprende también los tres pasos de moldeo de compactación, humidificación y secado y que comprende un paso de clasificación precedente suplementario para obtener leche en polvo teniendo un diámetro de partícula mayor que el diámetro de partícula prescrito por la clasificación de la leche en polvo que es un ingrediente de la leche sólida, el paso de moldeo por compactación siendo practicado con la leche en polvo obtenida por el proceso de clasificación.
- Tal paso de clasificación es un proceso para utilizar una criba cuyo tamaño de malla es 200 μm a 700 μm.

[0012] Cuando la leche en polvo comprimida es humedecida, las partículas situadas cerca de su superficie son parcialmente disueltas y enlazadas entre sí.

Con el paso de secado, la fuerza cerca de la superficie de la leche en polvo puede ser aumentada en un grosor muy
limitado de un grano de polvo, en comparación con la fuerza de la parte interna de la leche en polvo.
El grado de enlaces se ajusta ajustando la duración del paso de humidificación.

[0013] EP 1048216 divulga un método diferente donde el polvo se moja y se aglomera antes del paso de compresión.

- Esto tiene diferentes implicaciones negativas, incluido el hecho de que el polvo ya no estará en forma fluida libre, dificultando la alimentación de la máquina de fabricación de comprimidos y además, será mucho más difícil de secar el comprimido comprimido ya que el interior del comprimido sigue estando en condiciones de humedad y se secará mucho más despacio dando como resultado un riesgo inaceptable de crecimiento microbiano.
- 40 [0014] WO 2011/158480 divulga métodos para la producción de leche sólida comprendiendo la compresión de la leche en polvo, humidificación de la leche en polvo comprimida y secado de la leche en polvo comprimida humedecida para obtener la leche sólida.
  - Una parte de la lactosa amorfa en la superficie de la leche sólida se cristaliza en los pasos de humidificación y secado.

# Resumen de la invención

[0015] Con base en el estado de la técnica mencionado anteriormente, hay una necesidad de una leche sólida que supere los inconvenientes de la técnica anterior, es decir, en combinación, tiene una dureza suficiente, una friabilidad apropiada, una solubilidad buena, y que se puede fabricar con una capacidad alta, para prevenir todo lo posible la contaminación microbiana.

[0016] Para este efecto, un objeto de la presente invención es un método para la producción de una leche sólida, que comprende un paso de compresión, donde las partículas de leche se comprimen para obtener una unidad de leche sólida y comprimida, después un paso de humedecimiento, después un paso de secado, donde:

- el paso de compresión se realiza con una proporción de compactación comprendida entre 50 % y 80%,
- en el paso de humedecimiento, se pulveriza agua en la superficie exterior de dicho comprimido y unidad de leche sólida con una cantidad comprendida entre 0.1 mg y 8 mg / cm² del área de dicha superficie exterior, la duración del paso de humedecimiento siendo inferior a 1 s, para obtener una unidad sólida humedecida que tiene una capa humedecida exterior de al menos dos filas de partículas de leche.
- el paso de secado sigue el paso de humedecimiento inferior a 10 s, la duración del paso de secado siendo inferior a 30 s,

para obtener una leche sólida con una estructura de núcleo/corteza, el grosor de la corteza siendo al menos el grosor de dos filas de partículas de leche.

65

60

45

50

55

5

- [0017] Según una forma de realización posible, en el pso de compresión, la leche en polvo se comprime a una velocidad de compresión comprendida entre 110 mm/s y 200 mm/s.
- [0018] Según formas de realización posibles, el paso de compresión no es seguido por un paso de mantenimiento donde la presión de compresión o el volumen de la unidad de leche sólida y comprimida es mantenida y/o el paso de humedecimiento sigue al paso de compresión dentro de menos de 10 s.
  - [0019] Según una forma de realización posible, en el paso de humedecimiento, se pulveriza agua con una cantidad comprendida entre 0.5 mg y 5 mg / cm² del área de dicha superficie exterior.
  - [0020] Según una forma de realización posible, la duración del paso de humedecimiento está comprendido entre 0.050 s y 0.500 s.
- [0021] Según una forma de realización posible, el paso de secado sigue al paso de humedecimiento menos de o igual a 5 s.
  - [0022] Según una forma de realización posible, la duración del paso de secado está comprendida entre 1 s y 20 s.
- [0023] Según una forma de realización posible, el paso de secado permite obtener un nivel de humedad de la leche sólida que está comprendido dentro de una gama de ± 0.2 % alrededor del nivel inicial de humedad de la leche en polvo.
  - [0024] Según una forma de realización posible, el paso de secado se realiza por infrarrojos.

10

30

45

- 25 [0025] Según una forma de realización posible, el paso de compresión se realiza con una proporción de compactación comprendida entre 56 % y 62 %.
  - [0026] Según una forma de realización posible, la temperatura del agua pulverizada durante el paso de humedecimiento está comprendida bien entre 5 °C y 25 °C o entre 75 °C y 95 °C.
  - [0027] Según una forma de realización posible, el método se realiza en el aire a presión ambiental, a temperatura comprendida entre 15 °C a 25 °C, con humedad relativa inferior al 50%.
- [0028] Según una forma de realización posible, después del paso de secado, un paso de enfriamiento donde la leche sólida se enfría a temperatura por debajo de 30 °C, preferiblemente comprendida entre 0 °C y 30 °C, aún más preferiblemente comprendida entre 15 °C y 30 °C.
- [0029] Según una forma de realización posible, después del paso de secado o después del paso de enfriamiento si lo hay, un paso de embalaje donde la leche sólida se embala dentro de un embalaje estanco a la humedad, preferiblemente bajo gas inerte.
  - [0030] Según una forma de realización posible, las partículas de leche se seleccionan con un tamaño medio comprendido entre 30  $\mu$ m y 700  $\mu$ m, preferiblemente comprendido entre 60  $\mu$ m y 400  $\mu$ m, más preferiblemente comprendido entre 75  $\mu$ m y 300  $\mu$ m.
  - [0031] Según una característica de la invención, el grosor de corteza de la leche sólida está comprendido entre 150  $\mu$ m y 1,5 mm, está particularmente comprendido entre 200  $\mu$ m y 1,000  $\mu$ m, más particularmente está comprendido entre 200  $\mu$ m y 500  $\mu$ m.
- 50 [0032] Según una forma de realización posible, el método se realiza a un índice de producción comprendido entre 750 a 2000 leches sólidas por minuto.
- [0033] Según una primera forma de realización posible, la leche en polvo se selecciona como siendo leche en polvo entera o leche en polvo infantil, la proporción de compactación se selecciona para estar comprendida entre 56 % a
   62%, y la presión de compactación se selecciona para estar comprendida entre 1 MPa y 8 MPa, preferiblemente entre 2 MPa y 6 MPa, más preferiblemente entre 2 MPa y 4 MPa.
- [0034] Según una segunda forma de realización posible, la leche en polvo se selecciona como leche en polvo desnatada o semidesnatada, la proporción de compactación se selecciona para estar comprendida entre 70 % y 80%, y la presión de compactación se selecciona para estar comprendida entre 20 MPa y 30 MPa.
  - [0035] Otro objeto de la presente invención es una leche sólida de leche en polvo comprimida susceptible de ser obtenida por el método anteriormente descrito, teniendo una estructura de núcleo/corteza y teniendo un grosor de corteza comprendido entre 150 µm y 1.5 mm.
  - [0036] Según una forma de realización, el grosor de la corteza está comprendido entre 200 µm y 1.000 µm.

[0037] Según otra forma de realización, el grosor de la corteza está comprendido entre 200 µm y 500 µm.

[0038] Según otro aspecto, la leche sólida de leche en polvo comprimida susceptible de ser obtenida por el método anteriormente descrito, tiene una estructura de núcleo/corteza, el grosor medio de la corteza siendo al menos el grosor de dos filas de partículas de leche.

[0039] Según una característica de la invención, la leche sólida tiene una fuerza mecánica comprendida entre 0,01 MPa y 0.6 MPa.

[0040] Según una característica de la invención que puede ser considerada, la leche sólida puede tener un porcentaje de friabilidad inferior al 10 %.

[0041] Según una característica de la invención, la leche sólida tiene una duración de disolución en un medio acuoso, a una temperatura comprendida entre 20 °C y 100 °C, inferior a un minuto.

[0042] Se ha descubierto sorprendentemente que el método anteriormente descrito permite producir con una capacidad alta y para prevenir todo lo posible la contaminación microbiana, las leches sólidas teniendo una estructura de núcleo/corteza con un grosor medio de la corteza de al menos el grosor de dos filas de partículas de leche, es decir un grosor de corteza preferiblemente comprendido entre aproximadamente 150  $\mu$ m y 1,5 mm, e incluso comprendido entre aproximadamente 200  $\mu$ m y 1.000  $\mu$ m, e incluso comprendido entre aproximadamente 200  $\mu$ m y 500  $\mu$ m, teniendo en combinación, una dureza suficiente, una friabilidad apropiada y una solubilidad buena.

25 Descripción detallada de la invención

[0043] La invención debe ser entendida a la luz de las definiciones siguientes.

- "Leche" significa un material seleccionado entre leche desnatada, leche semidesnatada, leche entera, leche
  modificada y leche infantil. Leche modificada es preferiblemente una leche que contiene grasa sustituida, tal
  como grasas vegetales, o una leche libre de lactosa o que contiene azúcares añadidos, tal como fructosa,
  sacarosa, etc.
- "polvo" en relación con la leche, significa pequeñas fracciones sólidas de leche, es decir partículas de leche (sea individuales o aglomerados).
- "Tamaño medio" en relación a partículas de leche, significa el diámetro equivalente de las partículas de leche para el cual el valor de la distribución acumulativa es el 50%, diámetro normalmente llamado d50. El tamaño de polvo puede hacerse mediante un analizador de tamaño de partícula láser. El tamaño medio de las partículas de leche está comprendido entre 30 μm y 700 μm, está preferiblemente comprendido entre 60 μm y 400 μm, más preferiblemente comprendido entre 75 μm y 300 μm.
- "Leche sólida" significa un polvo compactado o comprimido de leche limitado por una superficie exterior.
  Tales leches sólidas son generalmente proporcionadas en forma de comprimidos, gránulos o píldoras
  teniendo típicamente un tamaño lateral en el rango de al menos unos pocos milímetros a unos pocos
  centímetros, tal como típicamente teniendo una forma cúbica (y superficie exterior) de 25 mm de lado o
  alrededor o una forma cilíndrica (y superficie exterior) con 25 mm diámetro o alrededor y un peso alrededor
  de 2 g a 10 g, por ejemplo entre 4 g a 5 g.
- "Área de la superficie exterior" en relación con la leche sólida, significa el área de la envoltura de dicha superficie exterior.
- "Corteza" en relación con la leche sólida, significa la parte exterior incluida la superficie exterior de la leche sólida, teniendo la forma de una capa de un grosor significativo de al menos el grosor de dos filas de partículas de leche, la estructura de dicha corteza siendo principalmente continua en el sentido de que las partículas de leche y/o los aglomerados de leche ya no están separados mecánicamente sustancialmente cada uno del otro habiendo sido disueltos, la estructura continua teniendo sin embargo cierta porosidad. La corteza está hecha por la humidificación y secado del exterior de la leche sólida. Según las formas de realización, la composición química de la corteza es idéntica o no a la constitución química del núcleo.
- "Núcleo" en relación con la leche sólida, significa la parte interna de la leche sólida comprendida en la corteza, la estructura de tal núcleo siendo principalmente discontinuo (y también poroso) en el sentido que las partículas de leche y los aglomerados de leche están tocándose unos con otros, dejando espacios vacíos entre ellos
- "Fila de partículas de leche" significa una disposición de partículas de leche una junto a la otra más o
  menos a lo largo de una línea, después de una compactación de tales partículas. El grosor de dos filas de
  partículas de leche es como mucho igual y cerca de dos veces el tamaño medio de las partículas de leche.
- "Grosor medio de la corteza" significa el valor medio del grosor local de la corteza en diez puntos diferentes distribuidos al azar en la superficie exterior de la corteza. Se expresa en micrómetro (µm) o milímetro (mm).
- "Grosor local de la corteza en un punto de su superficie exterior" significa la distancia entre dicho punto de la superficie exterior de la corteza y la interfaz entre la corteza y el núcleo contado a lo largo de una línea sustancialmente perpendicular a la superficie exterior de la corteza.

5

15

20

10

5

30

40

35

45

50

55

60

60

- "Interfaz entre la corteza y el núcleo" significa la ubicación donde la estructura de la leche sólida ya no es principalmente continua para hacerse principalmente discontinua en los sentidos definidos arriba. Tal estructura continua-discontinua de cambio se puede observar visualmente en un corte o una imagen del corte de la leche sólida usando un microscopio electrónico de barrido. Dicha ubicación donde la estructura ya no es principalmente continua para hacerse principalmente discontinua es una línea o la línea media de una zona de transición entre una estructura (de corteza) principalmente continua donde las partículas de leche diferentes o aglomerados de partículas de leche no pueden ser visualmente identificadas claramente y una estructura (de núcleo) principalmente discontinua, donde las partículas de leche diferentes o aglomerados de partículas de leche pueden ser visualmente claramente identificadas. Así, es posible, en la imagen de un corte dibujar dos líneas: una línea de límite medio exterior de la corteza en la superficie exterior de la leche sólida y una línea de límite promedio interno de la corteza donde la densificación visible de la corteza comienza a atenuarse, la distancia entre las dos líneas siendo el grosor medio de la corteza, como se ha calculado previamente.
- "Velocidad de compresión" significa la velocidad de movimiento de los punzones de compresión móviles, es decir la distancia de desplazamiento de proporción de dichos punzones / duración de compresión. Se
- "Duración" significa el intervalo de tiempo durante el cual algo ocurre. Las palabras duración y tiempo significan lo mismo.
- "Presión de compactación" significa la presión aplicada a la leche en polvo que está en el troquel para comprimirse. Tal presión de compactación se expresa en MPa.
- "Fuerza mecánica de la leche sólida" refleja la dureza de la leche sólida. Es la proporción 2F/S donde F es la fuerza de rotura aplicada diametralmente en sentidos opuestos a la leche sólida hasta que se rompe y S es el área de la leche sólida donde la fuerza F es aplicada, es decir el área lateral de la leche sólida. La fuerza de rotura F se convierte en la presión para ser independiente de la superficie de contacto a la que la fuerza fue aplicada. Para un comprimido cilíndrico, por ejemplo, la presión hasta la rotura o fuerza mecánica expresada en MPa es igual a dos veces la fuerza de rotura F expresada en N dividido por el área de superficie de corona implicada del cilindro expresada en mm2. La fuerza mecánica de la leche sólida se expresa en MPa (o en kPa). Para medir la fuerza mecánica de la leche sólida, se puede usar un medidor de dureza tal como el conocido 8M DR. SCHLEUNIGER® de PHARMATRON®.
- "Proporción de compactación" significa una proporción calculada conforme a la fórmula siguiente: Proporción de compactación = (densidad aparente de la leche sólida/densidad real del polvo de leche) \* 100
  - "Porcentaje de friabilidad" significa (masa inicial de los sólidos masa de los sólidos después de la prueba)/masa inicial de los sólidos x 100. Para medir el % de friabilidad, se puede usar en un medidor de friabilidad tal como el conocido F2 equipado con un tambor de friabilidad de SOTAX®. Para medir la friabilidad, cinco leches sólidas se rotan en el tambor a una velocidad de 20 r.p.m. durante 30 s (es decir 10 revoluciones). Los sólidos son pesados antes y después de la prueba. Antes de ser ponderados los sólidos se desempolvan con un cepillo.
  - "Nivel de humedad" en relación con la leche en polvo o leche sólida, se expresa como una proporción y se calcula como el peso de agua en la leche en polvo o sólida / peso de masa total de polvo + agua o leche sólida + agua. Se expresa como un porcentaje (%).

[0044] Las palabras y expresiones usadas en la descripción y reivindicaciones deben ser entendidas e interpretadas según las definiciones anteriormente mencionadas, al igual que equivalentes técnicos.

45 Además, cualquier gama debe ser considerada inclusiva de los límites de la gama.

[0045] La invención debe ser ahora descrita en detalle según diferentes formas de realización y diferentes ejemplos no limitados, con el soporte de las siguientes figuras que representan una realización posible y no limitativa. La presente invención es tal y como se define por las reivindicaciones anexas.

Descripción de las figuras

La Figura 1 es un dibujo que refleja una fotografía obtenida con un microscopio electrónico de barrido de un corte de una parte de una leche sólida según la invención, que muestra su corteza (1) y su núcleo (2) que comprende partículas (3); la interfaz entre la corteza y núcleo (4); la superficie exterior (5); la línea límite media interna de la corteza (6) y línea límite media exterior de la corteza (7) y el grosor medio de la corteza (8).

La Figura 2 es un dibujo como la figura 1, que muestra la corteza de la leche sólida en la superficie exterior de la

60 La Figura 3 es un dibujo como las figuras 1 y 2, que muestra el núcleo dentro de la leche sólida.

[0047] Ahora se describe el método para la producción de leches sólidas según la invención.

[0048] El método para la producción de leches sólidas según la invención comprende tres pasos que son, un primer paso de compresión, donde las partículas de leche se comprimen para obtener una unidad de la leche sólida y

6

5

10

15

20

25

30

35

40

50

55

comprimida, luego un segundo paso de humedecimiento y luego un tercer paso de secado.

El método puede comprender un cuatro paso donde la leche sólida se enfría y un paso final donde la leche sólida es embalada.

- 5 [0049] El método usa leche en polvo, tal como se ha definido anteriormente, el tamaño medio de las partículas de leche estando comprendido entre 30 μm y 700 μm, preferiblemente comprendido entre 60 μm y 400 μm, más preferiblemente comprendido entre 75 μm y 300 μm.
- [0050] Durante la primera fase del método, que es un paso de compresión, las partículas de leche se comprimen para obtener una unidad de leche sólida y comprimida.
  - La velocidad de compresión está preferiblemente comprendida entre 110 mm/s y 200 mm/s y más preferiblemente entre 125 mm/s a 170 mm/s.
- [0051] La compresión se realiza a una proporción de compactación comprendida entre 50% y 80%, en particular entre 56 % y 62 %.
  - La definición de los parámetros del paso de compresión para obtener una proporción de compactación en los rangos dados de proporción de compactación como se ha mencionado anteriormente es conocida o hecha fácilmente por el experto en la técnica en el campo de compresión de polvo.
- 20 [0052] Según una primera forma de realización posible, la leche en polvo se selecciona como siendo una leche en polvo entera o una leche en polvo infantil, la proporción de compactación es preferiblemente seleccionada para estar comprendida entre 56 % a 62 % y la presión de compactación se selecciona para estar comprendida entre 1 MPa y 8 MPa, preferiblemente entre 2 MPa y 6 MPa, más preferiblemente entre 2 MPa y 4 MPa.
- 25 [0053] En contraste, según una segunda forma de realización posible, la leche en polvo se selecciona como siendo una leche en polvo desnatada o semidesnatada, la proporción de compactación se selecciona preferiblemente para estar comprendida entre 70 % y 80 % y la presión de compactación se selecciona para estar comprendida entre 20 MPa y 30 MPa.
- 30 [0054] Estas proporciones de compactación permiten obtener leches sólidas con una buena solubilidad en las condiciones de uso.
  - Como ejemplo, en el caso de fórmula de leche infantil, la duración de disolución en un medio acuoso a una temperatura comprendida entre 20 °C y 100 °C es inferior a un minuto y más preferiblemente inferior a 30 s (ver la prueba de solubilidad detallada en el ejemplo 1).
  - [0055] Conforme a una forma de realización posible, una prensa rotativa fabricada y vendida por la empresa EUROTAB® TECHNOLOGIES se utiliza para realizar el paso de compresión.
- [0056] El paso de compresión es preferiblemente realizado para no ser seguido de un paso de mantenimiento de la presión de compresión o del volumen después del paso de compresión, es decir una duración de retención de aproximadamente cero segundos.
  - [0057] Es conocido que unidades comprimidas y sólidas son obtenidas a partir del polvo por la limitación de una cantidad conocida apropiada y específica de dicho polvo en un troquel de compactación apropiado específico y
- 45 aplicando una presión de compactación a la función de polvo de la presión aplicada al polvo por medio de los punzones superiores e inferiores y las paredes del troquel y el volumen de confín de polvo definido por las paredes que rodean el polvo para ser comprimido y compactado, la presión y el volumen estando conectados entre sí.
- Es conocido también que después de la compresión y una vez la proporción de compactación y la velocidad de compresión son significativas, las unidades comprimidas y sólidas sufren un proceso llamado "recuperación elástica", que es la capacidad de un polvo para recuperar el volumen desde el momento en que la fuerza de compresión cesa.
  - La recuperación elástica es generalmente expresada en forma de un porcentaje.

- Se obtiene por la división de la diferencia entre el grosor de unidad después de la recuperación elástica y el grosor de la unidad bajo presión por el grosor de la unidad bajo los tiempos de presión 100.
- 55 Es conocido que este proceso de recuperación elástica se puede limitar y controlar mediante un paso de mantenimiento de la presión o el volumen de compresión durante una duración determinada después del paso de compresión, es decir duración de retención.
  - La introducción de un paso de mantenimiento de la presión o volumen se favorece en el documento WO 2007/07790 citado previamente.
- 60 Sin embargo, los inventores demostraron que en el contexto de la invención, tal paso de mantenimiento no es ventajoso para la capacidad de producción del método.
  - Ha sido además demostrado que, con respecto a la leche en polvo, no solo es la recuperación elástica relativamente limitada, sino que el paso de mantenimiento de la presión o volumen también tiene un efecto perjudicial en la duración de disolución de las leches sólidas.
- 65 Consecuentemente, este paso de mantenimiento de la presión o volumen podría preferiblemente ser omitido es decir su duración siendo casi aproximadamente 0 segundos (véase ejemplo 2)-, o ser lo más corto como sea

técnicamente posible.

15

40

45

50

55

60

Así el segundo paso de humedecimiento puede seguir el primer paso de compresión dentro de menos de 10 s, que es el retraso técnicamente necesario para pasar del primer paso al segundo paso.

- 5 [0058] Al final del primer paso de compresión, se obtiene una unidad de la leche sólida y comprimida de leche en polvo comprimida.
  - Tal unidad generalmente no presenta dureza suficiente para ser embalada, comercializada y en última instancia manipulada por el consumidor.
- Los inventores han demostrado que las condiciones del paso de compresión como se presentan arriba permiten obtener una unidad de leche sólida y comprimida que tiene una cohesión suficiente para resistir los pasos siguientes del método es decir el segundo paso de humedecimiento y el tercer paso de secado -, sin degradación.
  - [0059] Además, el paso de compresión al igual que los pasos siguientes (paso de humedecimiento, paso de secado, posiblemente paso de enfriamiento, y finalmente paso de embalaje) se puede realizar a un índice de producción alto de al menos 750 leches sólidas por minuto, y preferiblemente comprendido entre 1000 leches sólidas /minuto y 2000 sólidos/minuto.
  - Tal índice de producción permite una producción industrialmente en buenas condiciones.
- [0060] Durante el segundo paso del método, que es un paso de humedecimiento, se pulveriza agua en la superficie exterior de la unidad de la leche sólida y comprimida obtenida al final del primer paso de compresión.
  - [0061] Tal humedecimiento se realiza pulverizando durante una duración controlada, con cantidades controladas de agua, y de un modo tan homogéneo como sea posible, sobre toda la superficie exterior de la unidad de la leche sólida y comprimida.
- [0062] La cantidad de agua pulverizada está preferiblemente comprendida entre 0,1 mg y 8 mg por cm² del área de dicha superficie exterior, más preferiblemente entre 0,5 mg/cm² y 5 mg/cm², aún más preferiblemente 0,7 mg/cm² y 2,5 mg/cm².
- 30 [0063] La duración del paso de humedecimiento es inferior a 1 s, más preferiblemente está comprendida entre 0,050 s y 0,500 s y más preferiblemente entre 0,010 s y 0,300 s, dependiendo del índice de producción usado.

  El agua añadida a la leche sólida debe ser situada solamente en la superficie exterior de la unidad sin penetrar sustancialmente profundamente en la unidad, para obtener una unidad sólida humedecida que tiene una capa humedecida exterior de al menos dos filas de partículas de leche. Tras el secado, tal capa exterior humedecida 35 formará la corteza de la leche sólida finalmente obtenida.
  - [0064] El agua se puede pulverizar a una temperatura comprendida bien entre 5 °C y 25 °C, preferiblemente comprendida entre 10 °C y 15 °C, o entre 75 °C y 95 °C, preferiblemente entre 80 °C y 90 °C, para reducir los riesgos de desarrollo de crecimiento microbiano.
  - [0065] Un dispositivo que comprende al menos dos nebulizadores es preferiblemente usado para rociar la cantidad de agua requerida por leche sólida.
  - El número y disposición de los atomizadores dependerán del tamaño y geometría de los comprimidos para humedecer.
  - [0066] El segundo paso del método según la invención pretende humedecer la capa exterior de al menos dos filas de partículas de leche de la unidad comprimida y sólida.
  - Con este segundo paso, combinado con el tercer paso de secado, la dureza y la friabilidad de la leche sólida son mejoradas, mientras al mismo tiempo mantiene su solubilidad en las gamas requeridas en relación con el uso de la leche sólida.
    - [0067] La cantidad de agua debería ser suficiente para solubilizar al menos dos filas de partículas de leche en la superficie exterior de la leche sólida, para solubilizar por la superficie de las partículas los agentes activos solubles para crear, tras el secado proporcionado en el tercer paso, enlaces en la superficie de las partículas que permiten aumentar la dureza de la leche sólida.
    - [0068] Sin embargo, la duración del humedecimiento debe ser tan corta como sea posible para limitar la solubilización de los agentes activos solubles, para limitar la penetración de agua en el núcleo de la leche sólida, para limitar la duración de secado, y para reducir los riesgos de desarrollo de bacterias.
    - [0069] La pulverización de agua sobre la unidad comprimida y sólida permite limitar y controlar la cantidad de agua y la duración de pulverización perfectamente, para distribuirla homogéneamente y para facilitar el paso de secado.
- [0070] Durante el tercer paso del método, que es un paso de secado, la leche sólida obtenida al final del segundo paso de humedecimiento es sometida a un secado.

[0071] El objetivo del tercer paso de secado es obtener un nivel de humedad de la leche sólida que está comprendido dentro de una gama de  $\pm$  0.2 % alrededor del nivel inicial de humedad de la leche en polvo, preferiblemente  $\pm$  0.1%, más preferiblemente  $\pm$  0.05%, e incluso, posiblemente, devolver el nivel inicial de humedad.

5 [0072] Durante el segundo paso de humedecimiento del método según la invención, el nivel de humedad permanece idéntico, o sustancialmente idéntico, en el núcleo de la unidad.

Para este propósito, el tercer paso de secado sigue el paso de humedecimiento menos de 10 s, preferiblemente menos de 5 s, y su duración es inferior a 30 s, está preferiblemente comprendido entre 1s y 20 s y más preferiblemente entre 3 s y 11s (es decir la mínima duración técnica posible) para evitar la penetración del agua pulverizada sobre la superficie exterior de la leche sólida hacia su núcleo.

[0073] El tercer paso de secado es preferiblemente realizado por infrarrojos (IR), preferiblemente con la ayuda de un túnel de infrarrojos.

Es preferible usar IR que emiten longitudes de onda cortas para evitar la reacción de Maillard sobre la superficie de las leches sólidas.

El uso de IR es permitido gracias a la implementación de la pulverización de agua durante el segundo paso, que hace posible dispensar una cantidad limitada de agua distribuida homogéneamente. Los IR básicamente secan a poca profundidad.

Todo el agua añadido en la superficie durante el segundo paso es así eliminado dentro de una duración de secado muy corta, el peso inicial de la leche sólida antes del humedecimiento se restaura y una corteza fina y dura es formada.

[0074] Para evitar que el polvo se pegue, que sería inconveniente, el método es preferiblemente realizado en el aire a presión ambiental, a temperatura comprendida entre 15°C a 25°C, con humedad relativa inferior al 50 %.

[0075] El método es realizado porque el grosor medio de la corteza es del grosor que corresponde a al menos dos filas de partículas de leche y/o comprendidas entre 150 µm y 1,5 mm.

[0076] El método según la invención también puede incluir un cuarto paso de enfriamiento, dirigido a refrescar la leche sólida que ha sido secada, a una temperatura por debajo de 30 °C, preferiblemente comprendida entre 0 °C y 30 °C, aún más preferiblemente comprendida entre 15 °C y 30 °C.

[0077] El método según la invención también puede incluir un paso de embalaje final, después del tercer paso de secado o después del cuarto paso de enfriamiento si lo hay, dirigido al enfriamiento, donde la leche sólida se embala dentro de un embalaje estanco a la humedad, preferiblemente bajo gas inerte.

En combinación con el cuarto paso de enfriamiento, esto permite evitar cualquier condensación dentro del embalaje. El embalaje estanco a la humedad bajo gas inerte es importante para prevenir cualquier adquisición de humedad de la leche sólida, que tendría un efecto perjudicial en el comportamiento de la disolución y podría llevar al desarrollo de bacterias.

[0078] La combinación de los pasos diferentes del método según la invención permite obtener índices de producción de al menos 750 sólidos por minuto, preferiblemente comprendido entre 750 y 2.000 leches sólidas por minuto.

[0079] Ahora se describe la leche sólida según la invención, más particularmente en referencia a las figuras 1 a 3.

[0080] Tal leche sólida se puede producir por el método previamente descrito.

10

15

25

35

40

45

50

60

[0081] La leche sólida según la invención tiene una estructura de núcleo/corteza (ver figura 1).

La parte exterior de la leche sólida, incluyendo su superficie exterior, es una corteza con la forma de una capa de un grosor significativo aunque la parte interna comprendida en la corteza es un núcleo.

Además de su ubicación respectiva con respecto a la leche sólida, la corteza y el núcleo difieren en su estructura y su nivel de porosidad.

[0082] La estructura de la corteza es principalmente continua en el sentido que las partículas de leche y los aglomerados de leche ya no están separados mecánicamente sustancialmente uno del otro habiendo sido disueltos, la estructura continua teniendo sin embargo una porosidad determinada (ver figura 2).

[0083] La estructura del núcleo es principalmente discontinua (y porosa) en el sentido que las partículas de leche y los aglomerados de leche están tocándose entre sí, dejando espacios vacíos entre sí, las partículas teniendo casi la misma forma y dimensiones que las que tienen en la leche en polvo inicial (ver figura 3).

[0084] Además, si también la corteza y el núcleo son ambos porosos, el nivel de porosidad de la corteza es inferior al nivel de porosidad del núcleo.

65 [0085] La interfaz entre la corteza y el núcleo es una línea o la línea media de una zona de transición entre una estructura principalmente continua (corteza) y una estructura principalmente discontinua (núcleo), donde,

respectivamente, las partículas de leche diferentes o aglomerados de partículas de leche no pueden ser identificados visualmente claramente y, al contrario, son visualmente claramente identificados en un corte o una fotografía de un corte de la leche sólida.

- 5 [0086] Según la invención, el grosor medio de la corteza (como tal grosor se ha definido arriba) está comprendido entre 150 μm y 1,5 mm.
  - [0087] Según una forma de realización, el grosor de la corteza está comprendido entre 200 µm y 1.000 µm.
- 10 [0088] Según otra forma de realización, el grosor de la corteza está comprendido entre 200 μm y 500 μm.
  - [0089] Según otro aspecto de la invención, el grosor medio de la corteza es al menos el grosor de dos filas de partículas de leche.
- 15 [0090] Esto proporciona a la leche sólida una dureza sustancial de modo que se puede manejar y transportar presentando a la vez una disolución rápida inferior a 1 minuto y preferiblemente inferior a 30 s, en condiciones de uso
- [0091] Tal estructura de núcleo/corteza puede ser obtenida por la implementación del método según la invención anteriormente descrita.
  - Con el paso de humedecimiento, se obtiene una unidad sólida humedecida que tiene una capa humedecida fuera de al menos dos filas de partículas de leche.
  - Luego, con el paso de secado, la capa exterior humedecida se seca para formar la corteza.
- [0092] La fuerza mecánica de la leche sólida de la leche sólida según la invención, medida como se ha mencionado anteriormente (por ejemplo con un medidor de dureza tal como el conocido 8M DR. SCHLEUNIGER® de PHARMATRON®), está comprendida entre 0,01 MPa y 0,6 MPa, y preferiblemente entre 0,02 MPa y 0,3 MPa, y más preferiblemente entre 0,03 y 0,3 MPa.
- 30 [0093] El porcentaje de friabilidad de la leche sólida según la invención que puede ser considerado, medido como se ha mencionado anteriormente, puede ser inferior al 10 %.
  - [0094] La leche sólida según la invención tiene una duración de disolución en un medio acuoso, a una temperatura comprendida entre 20 °C y 100 °C, inferior a un minuto.
- La medición de la duración de disolución puede ser hecha por conductancia, como se describe más específicamente en el ejemblo 2.
  - [0095] La invención será mejor entendida tras la lectura de los ejemplos siguientes, que no limitan el ámbito de la invención.

Ejemplo 1: producto lácteo de leche en polvo

[0096] Pruebas 1 a 4: la leche en polvo infantil tiene las características siguientes:

- densidad de 0,46, es decir una densidad de masa de 0.46 G.cm<sup>-3</sup>
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad del 2.1 %.

[0097] Método: 4.5 q de polvo de leche se colocan en un troquel cilíndrico con un diámetro de 25 mm.

La leche en polvo se compacta a una velocidad de compresión de 125 mm/s hasta que se consigue una proporción de compactación del 58 %.

[0098] Una vez quitada del troquel de la prensa, la leche sólida pasa sobre la rejilla de un transportador.

Pasa entre cuatro nebulizadores para recibir, homogéneamente, una cantidad de agua pulverizada.

La cantidad de agua pulverizada por leche sólida depende de la velocidad del transportador y/o de las velocidades de flujo de agua de los nebulizadores.

La velocidad del transportador se controla para asegurar una salida de 1100 leches sólidas/min .

La duración de humedecimiento no excede 300 ms.

La leche sólida humedecida pasa inmediatamente en un túnel de infrarrojos equipado con cuatro lámparas IR de 2 KW que permiten el secado homogéneo por todas las caras del sólido.

La duración de secado hasta que el peso de la leche sólida inicial antes del humedecimiento es restaurado y/o el nivel de humedad inicial del sólido antes de que el humedecimiento sea restaurado es entre 5 y 12 s.

[0099] Una vez la temperatura de la leche sólida ha retornado a una temperatura por debajo de 30 °C, la dureza de la leche sólida es medida utilizando el medidor de dureza 8M DR. SCHLEUNIGER®.

[0100] La tabla más abajo recopila los resultados obtenidos para cantidades diferentes de agua pulverizada por

65

40

45

unidad de área de superficie de la leche sólida.

Prueba N°	Velocidad de compresión (mm/s)	Proporción de compactación (%)	Dureza antes del humedecimiento (N)	Cantidad de agua por unidad de área de superficie (mg/cm²)	Duración del secado por IR (s)	Dureza tras el secado (N)
1	125	58	< 10	0.77	5	28
2	125	58	< 10	0.93	5	40
3	125	58	< 10	1.29	5	50
4	125	58	< 10	1.70	12	89

[0101] Pruebas de disolución, realizadas en un biberón, de las leches sólidas producidas:

[0102] La disolución fue evaluada por la colocación de 6 leches sólidas en un biberón con 180 mL de agua a 40 °C y por la agitación durante 30 s. Después de 30 s de agitación manual el contenido del biberón fue vertido en una criba cuyas mallas medían 630  $\mu$ m.

La presencia de grumos fue observada visualmente.

La estimación de la puntuación de disolución fue determinada por una evaluación visual, básicamente teniendo en cuenta el tamaño de los grumos restantes.

En ausencia de grumos, la puntuación de disolución fue 0.

Con la presencia de grumos, una puntuación de disolución de 1 a 10 fue otorgada dependiendo del tamaño de los grumos observado en la criba.

La puntuación 10 corresponde al hecho de que casi todas las leches sólidas se retienen en la criba.

Cuanto mayores son los grumos y más cerca están del tamaño inicial del sólido, mayor es la puntuación.

La disolución es aceptable si la puntuación de disolución es inferior o igual a 2.

[0103] Las leches sólidas obtenidas conforme a las pruebas 1 a 4 todas tienen una puntuación de disolución de 1, que es ventajoso para la aplicación deseada.

[0104] <u>Prueba 5</u>: la leche en polvo infantil tiene una composición diferente en comparación con la del polvo usado en las pruebas 1 a 4:

- densidad de 0,51, es decir una densidad de masa de 0,51 g.cm<sup>3</sup>,
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad del 3 %.

Prueba N°	Velocidad de compresión (mm/s)	Proporción de compactación (%)	Dureza antes del humedecimiento (N)	Cantidad de agua por unidad de área de superficie (mg/cm²)	Duración de secado por IR (s)	Dureza tras el secado (N)
5	125	62	<10	1.50	11	50

[0105] La puntuación de disolución de estas leches sólidas es 1.

[0106] <u>Prueba 6</u>: la leche en polvo infantil tiene una composición diferente en comparación con la del polvo usado en las pruebas 1 a 4:

- densidad de 0,43, es decir una densidad de masa de 0,43 g.cm<sup>-3</sup>,
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad del 2,9 %.

Prueba N°	Velocidad de compresión (mm/s)	Proporción de compactación (%)	Dureza antes del humedecimiento (N)	Cantidad de agua por unidad de área de superficie (mg/cm²)	Duración de secado por IR (s)	Dureza tras el secado (N)
6	125	56	<10	1.29	12	50

[0107] La puntuación de disolución de estas leches sólidas es 1.

[0108] Prueba 7: la leche en polvo entera tiene las características siguientes:

- densidad de 0,38, es decir una densidad de masa de 0,38 g.cm<sup>-3</sup>,
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad de 3,7 %.

45

40

5

25

30

Prueba N°	Velocidad de compresión (mm/s)	Proporción de compactación (%)	Dureza antes del humedecimiento (N)	Cantidad de agua por unidad de área de superficie (mg/cm²)	Duración de secado por IR (s)	Dureza tras el secado (N)
7	200	59	< 10	1.0	6	44

[0109] Prueba 8: la leche en polvo semidesnatada tiene las características siguientes:

- densidad de 0,39, es decir una densidad de masa de 0,39 g.cm<sup>-3</sup>,
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad de 4,1 %.

•

5

Prueba N°	Velocidad de compresión (mm/s)	Proporción de compactación (%)	Dureza antes del humedecimiento (N)	Cantidad de agua por unidad de área de superficie (mg/cm²)	Duración de secado por IR (s)	Dureza tras el secado (N)	
8	125	75	< 10	1.1	6	50	

#### 10 Ejemplo 2: influencia del tiempo de retención

[0110] Medición del tiempo de disolución:

[0111] Dos comprimidos se colocan en un vaso de precipitados conteniendo 200 mL de agua a 40 °C.

15 El contenido del vaso de precipitados es suavemente agitado utilizando un agitador magnético y se mantiene a 40 °C durante el análisis.

Un electrodo que se sumerge en el vaso de precipitados mide la conductividad cada 3 segundos.

La curva de conductividad a lo largo del tiempo se convierte en el porcentaje del sólido disuelto a lo largo del tiempo, con el valor máximo de conductividad conseguido siendo tomado como 100 % del sólido disuelto.

20 Valores correspondientes al 50 % del sólido disuelto y 90 % del sólido disuelto fueron obtenidos.

[0112] La leche en polvo infantil tiene las características siguientes:

- densidad de 0,46, es decir una densidad de masa de 0,46 g.cm<sup>-3</sup>,
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad de 2,1 %.

[0113] Método: 4.5 g de polvo de leche se colocan en un troquel cilíndrico con un diámetro de 25 mm.

La leche en polvo se compacta a una velocidad de compresión de 125 mm/s o 200 mm/s hasta que se consigue la proporción de compactación de 61 o 64 %.

Para las pruebas B y D, una vez la proporción de compactación fue conseguida se mantuvo a volumen constante durante 300 ms y luego la presión se reduce para eliminar la leche sólida.

Prueba N°	Velocidad de compresión (mm/s)	Duración de retención (ms)	Proporción de compactación (%)	Duración hasta alcanzar 50 % de la leche sólida disuelta (s)	Duración hasta alcanzar 90 % de la leche sólida disuelta (s)
Α	125	0	61	35	50
В	125	300	61	42	94
С	200	0	64	46	87
D	200	300	64	92	166

#### Conclusión:

35

[0114] Estas pruebas demuestran un aumento significativo en la duración requerida para alcanzar 50 % y 90 % del sólido disuelto cuando una duración de retención combinada con una velocidad de compresión entre 110 y 200 mm/s es aplicada.

# 40 Ejemplo 3: influencia de los pasos de humedecimiento y secado

[0115] La leche en polvo infantil tiene las características siguientes:

- densidad de 0,46, es decir una densidad de masa de 0,46 g.cm<sup>-3</sup>
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad de 2,1 %.

[0116] Método: 4.5 g de polvo de leche se colocan en un troquel cilíndrico con un diámetro de 25 mm.

La leche en polvo se compacta a una velocidad de compresión de 125 mm/s hasta que se consigue una proporción de compactación del 58 %.

Las pruebas siguientes fueron efectuadas usando tecnologías de humedecimiento y de secado permitiendo variar las duraciones de humedecimiento y de secado.

Cantidad de Dureza Duración agua por Temp. Proporción de Duración de después Prueba Condiciones de unidad de de de compactación humedecimiento de N° humedecimiento área de secado secado (%)(s) secado superficie °C (s) (N) (mg/cm2) 58 75 °C, 85 % RH 80 °C 65 14 Ε 6 1.46 F 58 75 °C, 85 % RH 1.46 80 °C 45 17 6

[0117] Está claro que se obtienen leches sólidas de baja dureza, más específicamente inferior a 20 N.

[0118] Las pruebas siguientes fueron efectuadas usando humedecimiento rápido por pulverización, y secado lento por aire caliente:

F	Prueba N°	Proporción de compactación (%)	Condiciones de humedecimiento	Duración de humedecimiento (s)	Cantidad de agua por unidad de área de superficie (mg/cm²)	Temp. de secado °C	Duración de secado (s)	Dureza después de secado (N)
	G	62	Pulverización	500	2.52	60 °C	27	15
	Н	62	Pulverización	500	2.52	60 °C	31	11

[0119] La dureza de la leche sólida no aumenta suficientemente con humedecimiento rápido por pulverización y una duración de secado lento de aproximadamente 30 min. Además, la formación de la corteza de superficie es probablemente más espesa ya que la disolución de los sólidos se deteriora rápidamente aunque la dureza es baja, más específicamente inferior a 20 N.

[0120] Conforme a la prueba en un biberón con agua a 40 °C y agitación durante 30 s, la puntuación de disolución es respectivamente:

- por ejemplo G: 7, que significa que grumos grandes se recuperan en la criba con mallas de 630 μm,
- por ejemplo H: 10, que significa que casi todos los sólidos se recuperan en el tamiz con mallas de 630 μm.

#### Conclusión:

5

10

15

20

25

30

35

40

[0121] La dureza de las leches sólidas no es mejorada, o es poco mejorada si los pasos del humedecimiento y secado se realizan durante periodos largos mayores de 1 s y 30 s respectivamente.

Además, el resultado es un aumento significativo en la duración de disolución, mientras que la dureza del sólido no es aumentada de manera satisfactoria.

# Ejemplo 4: humedad en leches sólidas

[0122] La leche en polvo infantil tiene las características siguientes:

- densidad de 0,48, es decir una densidad de masa de 0,48 g/cm<sup>3</sup>
- tamaño medio entre 100 μm y 400 μm, y
- nivel de humedad de 3.82%

# Producción de leches sólidas:

[0123] Leches sólidas fueron producidas en una prensa rotativa fabricada por EUROTAB® TECHNOLOGIES con los siguientes parámetros:

- peso: 4,9 g / sólido
- proporción de compactación: 56%
- cantidad de agua pulverizada: 1,46 mg / cm<sup>2</sup>
- secado con lámparas IR durante 13 s
- 45 [0124] Tras el enfriamiento a temperatura inferior a 30°C, la fuerza mecánica de la leche sólida fue 0.105 MPa. La puntuación de disolución, según el protocolo en el biberón descrito en ejemplo 1, fue 1.

#### Método para medir el nivel de humedad:

[0125] El análisis de humedad se realiza con un analizador de humedad halógeno HR73 de METTLER Toledo. La muestra de polvo de 1,5 g se coloca en una placa de aluminio (cilíndrica con diámetro 10 cm).

El análisis es realizado aplicando un aumento de temperatura de 20 °C a 120 °C durante 5 min y el nivel de humedad es determinado después de 20 minutos a 120 °C. Se expresa en p/p %.

#### Preparación de muestra para determinar el nivel de humedad en la corteza:

[0126] La superficie exterior se araña con una cuchilla con precaución para recopilar muestra suficiente para el análisis de humedad.

Aproximadamente 12 leches sólidas se usan para recopilar 1,5 g de muestra.

#### 15 Preparación de muestra para determinar el nivel de humedad en el núcleo:

[0127] La leche sólida se rompe en dos piezas y el núcleo se retira con una cuchilla con precaución. Aproximadamente 3 leches sólidas se usan para recopilar 1.5g 1.5g de muestra.

# 20 Preparación de muestra para determinar el nivel de humedad de la leche sólida entera:

[0128] Una leche sólida es molida en fracciones pequeñas con precaución en un mortero y 1.5 g del polvo molido se recoge para hacer el análisis.

#### 25 Resultados:

10

#### [0129]

[0.20]				
Muestra	Nivel de humedad (%)	Diferencia vs leche en polvo inicial (%)		
Corteza	4.07	0.25		
Núcleo	3.94	0.12		
Leche de sólido entero	3.98	0.16		
Leche en polvo inicial	3.82	0		

### Conclusiones:

30

35

40

45

50

[0130] La diferencia de humedad entre la corteza de la leche sólida y la leche en polvo inicial es inferior a 0,5%.

[0131] La diferencia de humedad entre el núcleo de la leche sólida o la leche sólida entera y la leche en polvo inicial es inferior a 0,2 %.

[0132] El nivel de humedad en la leche sólida es luego bien controlado para ser no superior al 0,2% superior o inferior al nivel de humedad de la leche en polvo inicial usado para producir la leche sólida.

#### Ejemplo 5. Método para hacer imágenes SEM y medir el grosor de corteza de la leche sólida

#### Equipo:

# [0133]

- Cuchillo o escalpelo
- Pinzas
- Soportes SEM
- Adhesivos de carbono
- Regla
- Revestidor fino JEOL JFC-1200 (para muestras de recubrimiento de oro)
- Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5610
- Un programa de software gráfico o software SEM para dimensionar el grosor de corteza

#### Procedimiento

#### 55 [0134]

- Obtener una leche sólida y romperla cuidadosamente. Un cuchillo y escalpelo no son adecuados para obtener una imagen de intersección de corteza adecuada.
- Recortar el material de comprimido excesivo para ajustar el adhesivo de carbono.
- Coger un soporte SEM y pegar un adhesivo de carbono en éste.
- Coger la parte de la leche sólida preparada y pegarla al adhesivo de carbono en el soporte, orientando la

- intersección hacia arriba (hacia afuera desde el adhesivo).
- Coger el soporte preparado con la parte de la leche sólida y usar el revestidor fino para aplicar una capa de oro apropiada según las instrucciones del fabricante.
- Transferir la muestra de la leche sólida recubierta de oro al SEM, e iniciar el procedimiento de formación de imágenes según las instrucciones del fabricante.
- Obtener una imagen con la ampliación deseada, y cerciorarse del indicador de escala correcto para que la ampliación establecida esté en la imagen.
- Usar el software SEM u otro paquete de software de formación de imágenes para medir el grosor local de la
  corteza en diez puntos diferentes en la superficie exterior de la corteza y calcular el promedio. En la imagen
  de un corte dos líneas pueden ser dibujadas: la línea límite media exterior de la corteza y la línea límite
  media interna de la corteza, la distancia entre las dos líneas siendo el grosor medio de la corteza como se
  ha calculado previamente, la densificación visible de la corteza empezando a desaparecer, en promedio,
  desde la línea límite media interna de la corteza.

#### 15 Resultado:

5

10

[0135] El grosor de corteza medio es medido a partir de una leche sólida hecha de una leche en polvo infantil con nivel de humedad de 3,1% en peso. En este ejemplo este procedimiento produce un grosor de corteza medio de aproximadamente 330  $\mu$ m.

20 Esto muestra que el método según la descripción y reivindicaciones puede resultar en leches sólidas con un grosor de corteza entre 150 μm y 1500 μm.

#### **REIVINDICACIONES**

- 1. Método para la producción de una leche sólida, que comprende un paso de compresión, donde partículas de leche se comprimen para obtener una unidad de leche sólida y comprimida, luego un paso de humedecimiento, luego un paso de secado, donde:
- el paso de compresión se realiza con una proporción de compactación comprendida entre 50 % y 80%,

5

10

15

25

35

- en el paso de humedecimiento, se pulveriza agua en la superficie exterior de dicho comprimido y unidad de leche sólida con una cantidad comprendida entre 0,1 mg y 8 mg por cm² del área de dicha superficie exterior, la duración del paso de humedecimiento siendo inferior a 1 s, para obtener una unidad sólida humedecida teniendo una capa humedecida exterior de al menos dos filas de partículas de leche,
- el paso de secado sigue el paso de humedecimiento menos de 10 s, la duración del paso de secado siendo inferior a 30 s.
- para obtener una leche sólida con una estructura de núcleo/corteza, el grosor medio de la corteza estando comprendido entre 150 µm y 1.5 mm.
- 2. Método según la reivindicación 1, donde en el paso de humedecimiento, se pulveriza agua con una cantidad comprendida entre 0,5 mg y 5 mg por cm² del área de dicha superficie exterior.
- 3. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, donde la duración del paso de humedecimiento está comprendida entre 0,050 s y 0,500 s.
  - 4. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde el paso de secado sigue el paso de humedecimiento menos de o igual a 5 s, y preferiblemente donde la duración del paso de secado está comprendida entre 1 s y 20 s y preferiblemente donde el paso de secado se realiza por infrarrojos.
  - 5. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el paso de compresión se realiza con una proporción de compactación comprendida entre 56 % y 62 %.
- 6. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la temperatura del agua pulverizada durante el paso de humedecimiento está comprendida bien entre 5 °C y 25 °C o entre 75 °C y 95 °C, preferiblemente a una temperatura comprendida entre 15 °C a 25 °C, con humedad relativa inferior al 50 %.
  - 7. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende después del paso de secado un paso de embalaje donde la leche sólida se embala dentro de un embalaje estanco a la humedad, preferiblemente bajo gas inerte.
  - 8. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde las partículas de leche tienen un tamaño medio comprendido entre 30  $\mu$ m y 700  $\mu$ m, preferiblemente comprendido entre 60  $\mu$ m y 400  $\mu$ m, más preferiblemente comprendido entre 75  $\mu$ m y 300  $\mu$ m.
  - 9. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde el grosor medio de la corteza de la leche sólida está comprendido entre 200 μm y 1,000 μm, más preferiblemente está comprendido entre 200 μm y 500 μm.
- 10. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde la leche en polvo se selecciona como siendo leche en polvo entera o leche en polvo infantil, la proporción de compactación se selecciona para estar comprendida entre 56 % a 62%, y la presión de compactación se selecciona para estar comprendida entre 1 MPa y 8 MPa, preferiblemente entre 2 MPa y 6 MPa, más preferiblemente entre 2 MPa y 4 MPa.
- 11. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde la leche en polvo se selecciona como siendo desnatada o leche en polvo semidesnatada, la proporción de compactación se selecciona para estar comprendida entre 70 % y 80%, y la presión de compactación se selecciona para estar comprendida entre 20 MPa y 30 MPa.

Fig. 1

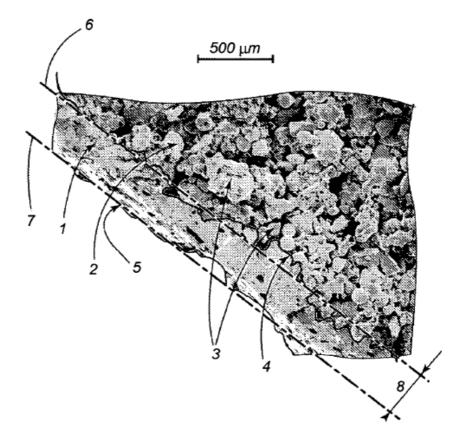


Fig. 2

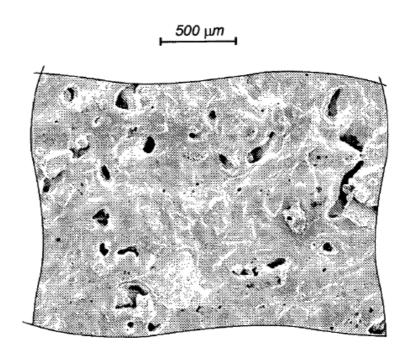


Fig. 3



