

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 612 871**

51 Int. Cl.:

A23C 3/00 (2006.01)

A23C 9/142 (2006.01)

A01J 11/16 (2006.01)

B01D 65/08 (2006.01)

B01D 61/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.12.2010 PCT/FR2010/052709**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.07.2011 WO11080449**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2010 E 10805803 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016 EP 2512258**

54 Título: **Procedimiento para reducir el contenido bacteriano de un medio alimenticio y/o biológico de interés, que contiene gotitas lípidas**

30 Prioridad:

14.12.2009 FR 0958960

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

19.05.2017

73 Titular/es:

**INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE
AGRONOMIQUE (INRA) (100.0%)
147, rue de l'Université
75341 Paris Cedex 07, FR**

72 Inventor/es:

**FAUQUANT, JACQUES;
ROBERT, BENOÏT y
LOPEZ, CHRISTELLE**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 612 871 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 reducir el contenido bacteriano de un medio alimenticio y/o biológico de interés, que contiene gotitas lípidas.

5

Campo de la invención

La presente invención se refiere al campo de la purificación microbiana de medios alimenticios y/o biológicos que contienen lípidos.

10

La invención se refiere más precisamente a un procedimiento de tratamiento para reducir el contenido bacteriano e incluso preferentemente para esterilización de un medio alimenticio y/o biológico que contiene gotitas lípidas, preferentemente en suspensión. Este procedimiento de tratamiento según la invención está muy particularmente adaptado para la purificación microbiana de leches de mamíferos que contienen gotitas lípidas en forma de glóbulos grasos.

15

Técnica anterior

La mayoría de los medios alimenticios y/o biológicos contienen bacterias que deben ser eliminadas, al menos en parte, con el fin de su conservación y/o su consumo.

20

En ciertos casos, esta eliminación bacteriana se obtiene ventajosamente por medio de tratamientos térmicos. Según el efecto bactericida deseado, la temperatura de conservación después del tratamiento (temperatura ambiente o 4 °C) y/o la duración de la conservación buscada (días o meses), el medio es llevado a una temperatura más o menos elevada, durante periodos de tiempo más o menos prolongados.

25

Desgraciadamente, estos tratamientos térmicos generan en la práctica efectos negativos sobre las cualidades organolépticas y nutricionales de ciertos medios; y no son siempre completamente satisfactorios para la conservación. Esto es el caso en particular de ciertos medios que contienen gotitas lípidas.

30

Por ejemplo, la leche de consumo (generalmente leche de vaca) es sometida habitualmente a tratamientos térmicos de tipo UHT (temperatura ultra elevada) o pasteurización, para reducir de forma más o menos eficaz su contenido bacteriano.

35

En los tratamientos térmicos denominados UHT, la leche es llevada, durante dos a cuatro segundos a una temperatura comprendida entre 120 °C y 150 °C. Este tratamiento térmico tiene el inconveniente de modificar de forma irreversible ciertos componentes de la leche, principalmente las proteínas, la lactosa y los minerales. Estas leches UHT presentan un gusto "cocinado" que desagrade a algunos consumidores, particularmente a los de países habituados a consumir leche fresca. Además, recientes trabajos han mostrado que los tratamientos térmicos de tipo UHT alteran la capacidad de digestión y las propiedades nutritivas de los constituyentes de la leche (Lacroix et al., 2008). Finalmente, los tratamientos térmicos UHT hacen que la leche sea inadecuada para su transformación en queso.

40

La leche pasteurizada clásica (72 a 85 °C durante 20 segundos) ya no tiene, por sí misma, la preferencia de los industriales ni de la gran distribución (5 a 6 días de caducidad, con costes importantes de transporte, almacenamiento y gestión). Los industriales, distribuidores y consumidores estarían interesados en leches frescas que tengan una duración de la conservación prolongada con respecto a las leches frescas pasteurizadas actuales (a saber, una duración de la conservación de al menos 9 días).

45

Con respecto a los inconvenientes asociados al empleo de estos tratamientos térmicos, la microfiltración constituiría una alternativa particularmente interesante, que permitiría la purificación microbiana eficaz de estos medios alimenticios y/o biológicos de interés, que contienen gotitas lípidas. Esta técnica de purificación tiene particularmente el interés de limitar las elevaciones de temperatura (la temperatura del medio se mantiene generalmente inferior a 57 °C). Además, los microorganismos, esporas y células de origen mamario (o células somáticas) son físicamente retenidas por la membrana de microfiltración empleada (Saboya et Maubois, 2000).

50

No obstante, los procedimientos actuales de microfiltración implican generalmente un considerable número de etapas, que presentan un coste que se hace elevado o bien necesitan limpiezas frecuentes a causa del taponamiento asociado a un mal paso de los componentes del medio a través de la membrana de microfiltración.

60

En efecto, las membranas adecuadas para retener bacterias comprenden poros cuyo límite de corte es inferior a 1,4 µm (Saboya et Maubois, 2000); por lo que este tamaño de poros conduce igualmente a la retención de otros numerosos componentes de interés alimenticio o biológico, que presentan un tamaño superior a este límite de corte de la membrana.

65

En el caso de la leche de mamífero, por ejemplo, estas son bacterias que serían retenidas, pero también los

glóbulos grasos (de diámetro comprendido entre 0,2 y 15 μm , con un diámetro medio de 4 μm) y al menos una parte de las proteínas.

5 Los poros de estas membranas por tanto son rápidamente taponados por la materia retenida y el caudal a través de la membrana cae rápidamente y la membrana debe ser frecuentemente limpiada. Además, como se indicó con anterioridad, la purificación bacteriana de la leche de mamífero por microfiltración, sin tratamiento previo de esta leche, provocaría la retención de los glóbulos grasos y proteínas sobre la membrana, lo que afectaría a las cualidades bioquímicas del producto final.

10 En el caso de la leche, para limitar estos problemas de taponamiento, la mayoría de los procedimientos de purificación por microfiltración incluyen:

- en primer lugar, una separación de la leche desnatada y de la nata,

15 - seguidamente, un tratamiento de separación de la leche desnatada, por una parte, y de la nata, por otra parte.

Para esto, la leche es previamente desnatada por centrifugación: la fase acuosa (denominada "leche desnatada", que contiene proteínas, minerales y lactosa), se separa de la nata que contiene los glóbulos grasos (diámetro medio de aproximadamente 4 μm). La parte de "leche desnatada" es seguidamente microfiltrada para retener sobre la
20 membrana los microorganismos, esporas y células somáticas. Por su parte, la leche es tratada térmicamente, por ejemplo mediante esterilización UHT (120 a 150 $^{\circ}\text{C}$ durante 2 a 4 segundos) o pasteurización (72 a 85 $^{\circ}\text{C}$ durante 20 segundos). La nata es seguidamente reincorporada a la leche desnatada microfiltrada en proporciones variables según el grado de materia grasa que se desea obtener en la leche de consumo (por ejemplo, en Francia, 15 o 36 g/litro de materia grasa para la leche semidesnatada o entera, respectivamente). El conjunto es seguidamente
25 homogeneizado con un tratamiento térmico opcional final, seguido de un envasado aséptico.

Un procedimiento de este tipo, en el que la leche desnatada y la nata son tratadas de forma separada, se describe, por ejemplo, en el documento FR-2.692.441. El documento propone además homogeneizar la leche desnatada, antes de someterla a una microfiltración de tipo dinámico. Esta técnica de microfiltración dinámica consiste en
30 desplazar la superficie de la membrana de microfiltración, o una estructura sólida cerca de esta superficie, de forma que se genere un fenómeno de cizallamiento que limite la velocidad de taponamiento de la membrana.

No obstante, este tipo de procedimiento no es completamente interesante por cuanto implica obligatoriamente una separación de la leche desnatada y de la nata, seguido de un tratamiento separado de la leche desnatada y de la
35 nata. La industrialización de este procedimiento se manifiesta por tanto particularmente compleja y costosa.

De forma alternativa, este documento FR-2.692.441 y el documento FR-2.699.792, divulgan todavía un procedimiento para la producción de una leche que tiene un contenido bacteriano reducido con respecto a la leche en bruto, en el que la leche, entera o desnatada, es homogeneizada antes de ser sometida a una microfiltración de
40 tipo dinámico.

En la práctica, la leche se hace pasar a través de un homogeneizador, para la realización de una operación única de homogeneización en el transcurso de la cual se obtiene una reducción del tamaño de las gotitas lípidas del medio.

45 Más precisamente, en el documento FR-2.692.441, la operación de homogeneización de la leche, entera o desnatada, se lleva a cabo mediante su paso por el interior de un homogeneizador único de dos fases.

El documento FR-2.699.792 por su parte precisa que únicamente la leche pasa por el interior del homogeneizador para reducir el tamaño de las gotitas lípidas que componen la emulsión.

50 No obstante, como se precisa en el documento FR-2.699.792, la realización de este procedimiento está acompañada de fenómenos de taponamientos rápidos y frecuentes (que se producen después de tan solo 60 a 180 minutos, según los ejemplos presentados), asociados al paso de la materia grasa a través de la membrana.

55 Con el fin de paliar estos inconvenientes asociados al taponamiento de la membrana de filtración, el documento FR-2.699.792 propone limpiezas frecuentes de las membranas de microfiltración dinámica, lo que se manifiesta en la práctica como un inconveniente importante para la utilización de este procedimiento a escala industrial.

60 Por otra parte, el documento JP-A-5.023.072 presenta un ejemplo en el que la leche entera que va a ser tratada se hace pasar a través de un homogeneizador de dos etapas, para efectuar una operación única de homogeneización que conduce a una reducción del tamaño de las gotitas lípidas. Esta leche homogeneizada es seguidamente tratada por microfiltración por medio de una membrana Membralox de 0,1 m^2 , cuyos poros tienen una sección media de 1,4 μm .

65 Este último procedimiento no es óptimo en lo que se refiere al grado de permeación a través de la membrana de microfiltración. Además, no es aconsejable emplear una membrana de microfiltración cuyos poros tengan un tamaño

inferior a 1 μm , para prevenir una retención total de las gotitas lípidas.

Por tanto, existe una necesidad de nuevos procedimientos que aporten una solución al problema del tratamiento de medios alimenticios y/o biológicos que contienen gotitas lípidas, ventajosamente en suspensión, en particular del tipo de leche entera o parcialmente desnatada, que permitan un paso eficaz, y durante un periodo prolongado, de la materia grasa a través de una membrana de microfiltración, asegurando siempre su purificación microbiana (es decir, su esterilización).

Sumario de la invención

Se proporcionan según la invención nuevos procedimientos para reducir el contenido bacteriano de un medio alimenticio y/o biológico de interés que contiene gotitas lípidas, ventajosamente gotitas lípidas en suspensión o en dispersión, mediante una técnica de microfiltración.

El procedimiento según la invención comprende las etapas siguientes:

(a) una etapa de homogenización aplicada a dicho medio de interés de manera que se obtenga un medio de interés homogeneizado, generando dicha etapa (a) en dicho medio de interés homogeneizado, gotitas lípidas (ventajosamente en suspensión) que tienen un diámetro adaptado para permitir seguidamente su paso a través de una membrana de microfiltración que tiene un límite de corte determinado,

(b) una etapa de microfiltración aplicada a dicho medio de interés homogeneizado, obtenido en la etapa (a), sobre una membrana que tiene un límite de corte que permite el paso en el permeado de microfiltración de al menos una parte de dichas gotitas lípidas, reteniendo siempre en la materia retenida de la microfiltración al menos una parte de las bacterias, y

(c) la recuperación de dicho permeado procedente de la etapa (b), constituyendo dicho permeado un medio alimenticio y/o biológico homogeneizado cuyo contenido bacteriano es reducido con respecto al medio de interés de partida (antes de la realización de dicho procedimiento).

El procedimiento según la invención se caracteriza porque:

- por una parte, la etapa de homogenización (a) comprende al menos dos operaciones de homogeneización sucesivas aplicadas sobre dicho medio de interés a una presión comprendida entre 300 bares y 950 bares (incluso preferentemente entre 500 y 950 bares), en que las operaciones de homogeneización conducen cada una a una reducción del tamaño de dichas gotitas lípidas, y

- por otra parte, la etapa de microfiltración (b) consiste en una etapa de microfiltración tangencial.

En un modo de realización preferida, las operaciones de homogeneización sucesivas, realizadas durante la etapa (a), son de un número de dos o tres, y preferentemente un número de dos.

Todavía según un modo de realización preferido, la etapa de homogeneización (a) se realiza según parámetros que aseguren un mantenimiento de la temperatura del medio de interés en un intervalo de valores comprendido entre 30 $^{\circ}\text{C}$ y 100 $^{\circ}\text{C}$, en todo el transcurso de dicha etapa de homogeneización (a), preferentemente comprendido entre 30 $^{\circ}\text{C}$ y 70 $^{\circ}\text{C}$, incluso preferentemente entre 40 $^{\circ}\text{C}$ y 70 $^{\circ}\text{C}$ e incluso preferentemente entre 45 $^{\circ}\text{C}$ y 65 $^{\circ}\text{C}$.

En este caso, durante la etapa de homogeneización (a), se aplica ventajosamente una operación de enfriamiento del medio de interés entre dos operaciones de homogeneización sucesivas, de forma que se permita el aumento de la temperatura durante la operación de homogeneización siguiente, asegurando siempre el mantenimiento de dicha temperatura en el intervalo de valores térmicos buscado.

Siempre según una característica de la invención, las operaciones de homogeneización de la etapa de homogeneización (a) cumplen ventajosamente el parámetro siguiente: una temperatura de entrada del medio de interés, antes de cada homogeneización, comprendida entre 30 $^{\circ}\text{C}$ y 90 $^{\circ}\text{C}$, preferentemente entre 30 $^{\circ}\text{C}$ y 65 $^{\circ}\text{C}$, e incluso preferentemente de aproximadamente 45 $^{\circ}\text{C}$.

En particular, considerando una etapa de microfiltración tangencial (b) sobre una membrana que tenga un límite de corte de aproximadamente 1,4 μm , la etapa de homogeneización (a) comprende ventajosamente dos operaciones de homogeneización sucesivas, realizada cada una a una presión comprendida entre 300 bares y 900 pares y, incluso preferentemente, de aproximadamente 600 bares.

Por otra parte, en particular al considerar una etapa de microfiltración tangencial (b) sobre una membrana que tiene un límite de corte de aproximadamente 0,8 μm , la etapa de homogeneización (a) comprende dos operaciones de homogeneización sucesivas, realizada cada una a una presión comprendida entre 700 bares y 900 bares, e incluso preferentemente de aproximadamente 800 bares, útiles.

Todavía según una característica, la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza ventajosamente sobre una membrana que tiene un límite de corte comprendido entre 0,5 μm y 1,8 μm , preferentemente entre 0,5 μm y 1,5 μm e incluso preferentemente entre 0,5 μm y 1 μm .

5

En este caso, para reducir parcialmente el contenido bacteriano del medio alimenticio y/o biológico de interés:

- la etapa de homogeneización (a) se realiza ventajosamente de forma que al menos un 85%, y preferentemente al menos un 95% de las gotitas lípidas tengan un diámetro inferior a 1 μm , y

10

- la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza ventajosamente sobre una membrana que tenga un límite de corte comprendido entre 1 μm y 1,8 μm y, preferentemente, de aproximadamente 1,4 μm .

Para esterilizar el medio alimenticio y/o biológico de interés:

15

- la etapa de homogeneización (a) se realiza ventajosamente de forma que al menos un 85% y, preferentemente, al menos un 95% de las gotitas lípidas tengan un diámetro inferior a 0,3 μm , y

20

- la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza sobre una membrana que tenga un límite de corte comprendido entre 0,3 y 0,9 μm y, preferentemente, de aproximadamente 0,8 μm .

Todavía según la invención, durante la etapa de microfiltración tangencial (b), se utiliza una membrana mineral adaptada para instalación de la microfiltración tangencial utilizada.

25

En un modo de realización particular, la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza ventajosamente sobre una sola membrana de microfiltración o bien en cascada, es decir, practicando al menos dos microfiltraciones sucesivas que presenten cada una un factor de concentración en volumen propia.

30

En este caso, la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza ventajosamente en cascada, con una primera microfiltración realizada según un factor de concentración en volumen de aproximadamente 8 a 12 (preferentemente de aproximadamente 10) y con una segunda microfiltración realizada según un factor de concentración en volumen de aproximadamente 2 a 10 (preferentemente de aproximadamente 2).

35

Incluso según la invención, la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza ventajosamente en contracorriente, de forma que se obtenga una presión transmembranaria uniforme sobre la longitud de la membrana.

Siempre según la invención, los parámetros aplicados durante la etapa de microfiltración tangencial (b) cumplen ventajosamente las condiciones siguientes:

40

- una temperatura para el medio homogeneizado ajustada entre 50 $^{\circ}\text{C}$ y 60 $^{\circ}\text{C}$, y preferentemente entre 56 $^{\circ}\text{C}$ y 57 $^{\circ}\text{C}$,

- un caudal de permeación comprendido entre 150 y 300 l/h/m^2 ,

45

- un factor de concentración en volumen comprendido entre 8 y 10, preferentemente entre 8 y 25 (sobre una única membrana de microfiltración o bien en cascada),

- una velocidad de barrido comprendida entre 6 y 8 m/s , y

50

- una presión de alimentación que varía entre 1,5 y 2,5 bares.

Según todavía una característica de la invención, preferentemente con anterioridad a la etapa de homogeneización (a), el contenido en materias grasas y/o proteínas del medio de interés es ventajosamente estandarizado, de forma que se tengan en cuenta particularmente los rendimientos y las pérdidas al final de la etapa de microfiltración (b) de dicho procedimiento de tratamiento y también para optimizar el tamaño de las gotitas lípidas. La relación de proteínas/materia grasa se estandariza ventajosamente según un valor comprendido entre 0,3 y 1 y, preferentemente, según una relación de aproximadamente 0,5 o 0,8.

55

Todavía según una característica de la invención, el permeado procedente de la etapa de recuperación (c) es ventajosamente sometida a un tratamiento térmico final (por ejemplo, de tipo pasteurización o inactivación enzimática). Este tratamiento está destinado en particular a destruir la población bacteriana residual y/o a inactivar las enzimas susceptibles de alterar la calidad del producto procedente de la etapa (c).

60

Todavía según otra característica, la o las materias grasas constitutivas de las gotitas lípidas contenidas en el medio alimenticio y/o biológico son de origen animal y/o vegetal.

65

En este caso, como medio alimenticio, se trata ventajosamente de leche de mamífero, preferentemente leche entera y todavía preferentemente leche parcialmente desnatada, en la que las gotitas lípidas consisten en glóbulos grasos.

5 Según una alternativa, como medio alimenticio, se trata ventajosamente un producto procedente de la leche de mamífero, preferentemente (i) la nata obtenida por concentración de los glóbulos grasos de una leche de mamífero o (ii) una mezcla que contiene uno o varios componentes de la leche (por ejemplo, de la leche desnatada, leche parcialmente desnatada o leche entera) y gotitas lípidas que contienen materia grasa de origen vegetal y/o animal (por ejemplo, procedentes de pescado).

10 En el caso de un tratamiento de la nata procedente de leche de mamífero, se realizan ventajosamente las etapas siguientes:

15 - con anterioridad a la etapa de homogeneización (a), dicha nata que va a ser tratada es enriquecida en proteínas de leche de forma que se obtenga una relación de proteínas/materia grasa comprendida entre 0,3 y 1,

- la etapa de homogeneización (a) se realiza sobre dicha nata enriquecida en proteínas de leche, y

20 - con anterioridad a la etapa de microfiltración tangencial (b), dicha nata enriquecida en proteínas de leche es homogeneizada y diluida en leche desnatada.

La presente invención se refiere todavía a un producto, a saber, un medio alimenticio y/o biológico homogeneizado y microfiltrado, constituido por el permeado de microfiltración obtenido al final del procedimiento según la invención.

25 En el caso de un producto lácteo que tiene un contenido de materia grasa total inferior a 20 g/kg, preferentemente de aproximadamente 10 a 20 g/kg (es decir, por ejemplo, una leche de consumo denominada "parcialmente desnatada" y preferentemente semidesnatada (15 g/kg)), los parámetros cumplen ventajosamente las características siguientes:

30 - una población de gotitas lípidas más considerable en volumen comprendida en un intervalo situado entre 0,12 y 0,15 μm ,

- un valor de $d_{4,3}$ comprendido entre 0,12 y 0,16 μm ,

35 - un valor de $d_{3,2}$ comprendido entre 0,10 y 0,12 μm ,

- al menos un 95% de las gotitas lípidas tienen un tamaño máximo de 0,3 μm , y

- un contenido de proteínas solubles cuyo grado de desnaturalización es inferior a 10%.

40 En el caso de un producto lácteo que tiene un contenido de materia grasa total inferior a 40 g/kg, preferentemente de aproximadamente 10 a 40 g/kg (preferentemente una leche de consumo denominada "entera" o una leche infantil o una leche de crecimiento), los parámetros cumplen ventajosamente las características siguientes:

45 - una población de gotitas lípidas más considerable en volumen comprendida en el intervalo situado entre 0,14 y 0,17 μm ,

- un valor de $d_{4,3}$ comprendido entre 0,15 y 0,35 μm ,

50 - un valor de $d_{3,2}$ comprendido entre 0,12 y 0,16 μm ,

- al menos un 95% de las gotitas lípidas tienen un tamaño máximo de 1 μm , y

- un contenido de proteínas solubles cuyo grado de desnaturalización es inferior a 10%.

55 Considerando el contenido bacteriano en flora total, los productos lácteos obtenidos mediante el procedimiento según la invención comprenden ventajosamente menos de 50 unidades formadoras de colonia (o "UFC") por mililitro, preferentemente menos de 10 UFC/ml (en particular al final de una microfiltración tangencial sobre membrana de 1,4 μm) y, preferentemente, incluso menos de 1 UFC/ml (en particular al final de una microfiltración tangencial sobre membrana de 0,8 μm).

60 La presente invención se refiere todavía a una composición que comprende un producto como se define con anterioridad.

65 La presente invención se refiere igualmente a la instalación para la realización del procedimiento según la invención.

Descripción de las figuras

- Figura 1: Esquema general de producción según la invención, para la purificación microbacteriana de un medio de interés que contiene gotitas lípidas;
- 5 Figura 2: Esquema general del procedimiento de la invención, que comprende una microfiltración previa sobre membrana de 12 μm , una microfiltración sobre dos tipos diferentes de membranas (con un límite de corte de 0,8 a 1,4 μm , respectivamente) y diferentes tratamientos térmicos finales;
- 10 Figura 3: Esquema de un procedimiento de tratamiento de una leche entera para la obtención de una leche semidesnatada;
- Figura 4: Esquema de un procedimiento alternativo de tratamiento de una leche entera, para la obtención de una leche semidesnatada;
- 15 Figura 5: Esquema de un procedimiento de tratamiento de una leche entera, con el fin de obtener una leche semidesnatada estandarizada en materia grasa y en proteínas;
- Figura 6: Esquema de un procedimiento de tratamiento de una leche entera sin células somáticas, para la obtención de una leche semidesnatada;
- 20 Figura 7: Esquema de un procedimiento de obtención de una leche entera sin células somáticas, partiendo de una leche entera;
- Figura 8: Esquema de un procedimiento de obtención de una leche entera, partiendo de una leche entera;
- 25 Figura 9: Esquema de un procedimiento alternativo de obtención de una leche de consumo después de la homogeneización de una nata enriquecida en proteínas;
- Figura 10: Esquema de un procedimiento de obtención de una leche infantil o leche de crecimiento;
- Figuras 11 a 13: Efecto de la presión de homogeneización y del número de homogeneizaciones sobre el porcentaje de gotitas lípidas respectivamente superiores a 0,3 μm , 0,5 μm y 0,8 μm en el producto de interés después de la homogeneización; Leyenda: (1) homogeneización una vez, (2) homogeneización dos veces;
- 35 Figura 14: Evolución de la presión transmembranaria (en bares) a lo largo del tiempo (en minutos), durante una microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 μm de leche en bruto estandarizada en materia grasa (20,75 g/kg, mediante la adición de leche desnatada a leche entera) con un contenido de materia nitrogenada total de 33,54 g/kg previamente homogeneizada dos veces a 370 bares (T de entrada = 50 °C);
- 40 Figura 15: Distribución (% en volumen) de los tamaños de gotitas lípidas (en μm) después de dos homogeneizaciones sucesivas a 370 bares (temperatura de entrada a 50 °C) seguido de microfiltración tangencial a 0,8 μm , de leche cruda estandarizada en materia grasa (20,75 g/kg, mediante la adición de leche desnatada a leche entera) con un contenido de materia nitrogenada total de 33,54 g/kg, previamente homogeneizada; Leyenda: (1) leche estandarizada; (2) leche homogeneizada una vez; (3) leche homogeneizada dos veces; (4) materia retenida de microfiltración (muestra tomada después de 6 h de microfiltración); (5) microfiltrado (muestra tomada después de 6 h de microfiltración);
- 45 Figura 16: Evolución de la presión transmembranaria (en bares) a lo largo del tiempo (en minutos), durante una microfiltración tangencial a 0,8 μm de leche cruda estandarizada en materia grasa (17,5 g/kg mediante adición de nata a leche) con un contenido de materia nitrogenada total de 37,7 g/kg (adición de materia retenida de microfiltración de leche obtenida a 0,1 μm), previamente homogeneizada dos veces a 800 bares (T de entrada = 45 °C);
- 50 Figura 17: Distribución (en % en volumen) de los tamaños de gotitas lípidas (en μm) después de dos homogeneizaciones sucesivas a 800 bares (temperatura de entrada a 45 °C) seguido de microfiltración tangencial a 0,8 μm , de una leche entera cruda estandarizada en materia grasa (17,5 g/kg, mediante adición de nata a leche), con un contenido de material nitrogenada total de 37,7 g/kg (adición de materia retenida de microfiltración de la leche obtenida a 0,1 μm); Leyenda: (1) leche estandarizada; (2) leche homogeneizada 1 vez; (3) leche homogeneizada 2 veces; (4) materia retenida de 0,8 μm (muestra tomada después de 7 h de microfiltración); (5) microfiltrado de 0,8 μm (muestra tomada después de 7 h de microfiltración);
- 60 Figura 18: Evolución de las concentraciones de NPN y de NCN (en g/kg) de leches conservadas a 20 °C a lo largo del tiempo (en días); Leyenda: (1) NCN de leche tratada a 96 °C durante 6 segundos; (2) NPN de leche tratada a 96 °C durante 6 segundos; (3) NCN de leche tratada a 140 °C durante 4 segundos; (4) NPN de leche tratada a 140 °C
- 65

durante 4 segundos;

Figura 19: Evolución de las concentraciones de NPN y de NCN (en g/kg) de leches conservadas a 30 °C en función del tiempo (en días); Leyenda: (1) NCN de leche tratada a 96 °C durante 6 segundos; (2) NPN de leche tratada a 96 °C durante 6 segundos; (3) NCN de leche tratada a 140 °C durante 4 segundos; (4) NPN de leche tratada a 140 °C durante 4 segundos;

Figura 20: Comparación de la evolución de concentración de NCN (en g/kg) en función del tiempo (en días) en el transcurso de un almacenamiento a 20 °C, entre las leches experimentales y leches industriales UHT (n = 4); Leyenda: (1) NCN de leche tratada a 96 °C durante 6 segundos; (2) NCN de leche tratada a 140 °C durante 4 segundos; (3) NCN de leches industriales UHT; (4) NCN de leche sin tratamiento térmico; (5) NCN de leche homogeneizada y microfiltrada sin tratamiento térmico;

Figura 21: Comparación de la evolución de la concentración de NPN (en g/kg) en función del tiempo (en días) en el transcurso de un almacenamiento a 20 °C, entre leches experimentales y leches industriales UHT (n = 4); Leyenda: (1) NPN de leche tratada a 96 °C durante 6 segundos; (2) NPN de leche tratada a 140 °C durante 4 segundos; (3) NPN de leches industriales UHT; (4) NPN de leche sin tratamiento térmico; (5) NPN de leche homogeneizada y microfiltrada sin tratamiento térmico;

Figura 22: Ensayo de Ramsdell, comparación de leches experimentales y leches industriales UHT conservadas a 20 °C (ml de KH₂PO₄ 0,5 M en función del tiempo en días); Leyenda: (1) leche tratada térmicamente a 96 °C durante 6 segundos; (2) leche tratada térmicamente a 140 °C durante 4 segundos; (3) leche industrial UHT (n = 5);

Figura 23: Evolución de la presión transmbranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos), durante una microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de una leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares (T de entrada = 45 °C);

Figura 24: Distribución (en % en volumen) de tamaños de gotitas lípidas (en μm) después de dos homogeneizaciones sucesivas a 600 + 60 bares seguida de microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de una leche cruda estandarizada en materia grasa a 17,5 g/kg; Leyenda: (1) leche estandarizada, (2) leche homogeneizada 1 vez, (3) leche homogeneizada 2 veces, (4) microfiltrado de 1,4 μm (leche microfiltrada), (5) materia retenida de 1,4 μm;

Figura 25: Evolución de las concentraciones de NCN y NPN (en g/kg) en función del tiempo (en días) en el transcurso de un almacenamiento a 5 ± 1 °C de las leches microfiltradas sobre 1,4 μm. Leyenda: (1) NPN de la leche no tratada térmicamente, (2) NPN de la leche tratada térmicamente a 72 °C durante 18 segundos, (3) NCN de la leche no tratada térmicamente, (4) NCN de la leche tratada térmicamente a 72 °C durante 18 segundos;

Figura 26: Evolución de la presión transmbranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos) durante una microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de una leche estandarizada a 38 g/kg de material grasa y homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares (T de entrada = 45 °C);

Figura 27: Distribución (en % en volumen) de los tamaños de gotitas lípidas (en μm) después de dos homogeneizaciones sucesivas a 600 + 60 bares seguido de una microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de una leche cruda estandarizada con materia grasa a 38 g/kg; Leyenda: (1) leche estandarizada, (2) leche homogeneizada 1 vez, (3) leche homogeneizada 2 veces, (4) materia retenida de 1,4 μm, (5) microfiltrado de 1,4 μm;

Figura 28: Evolución de las concentraciones de NCN y NPN (en g/kg) en función del tiempo (en días) en el transcurso de un almacenamiento a 5 ± 1 °C de leches microfiltradas sobre 1,4 μm (leches enteras). Leyenda: (1) NPN de la leche no tratada térmicamente, (2) NPN de la leche tratada térmicamente a 72 °C durante 15 segundos, (3) NCN de la leche no tratada térmicamente, (4) NCN de la leche tratada térmicamente a 72 °C durante 15 segundos;

Figura 29: Evolución de la presión transmbranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos), durante una microfiltración tangencial sobre 0,8 μm de una leche estandarizada a 18 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 800 + 80 bares (T de entrada = 45 °C). (1) factor de concentración en volumen FCV = 10 y caudal de permeación = 200 l/h/m², (2) FCV = 15 y caudal de permeación = 150 l/h/m², (3) FCV = 20 y caudal de permeación = 150 l/h/m²;

Figura 30: Evolución de la presión transmbranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos), durante una microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de la materia retenida de FCV 10 obtenida después de una primera microfiltración de una leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares;

Figura 31: Evolución de la presión transmbranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos), durante una microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de la materia retenida de FCV 10 obtenida después de una primera

microfiltración de una leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares;

5 Figura 32: Comparación de la evolución de la concentración de NCN (g/kg) en función del tiempo (en días) en el transcurso de un almacenamiento a 30 °C, de diferentes leches experimentales tratadas térmicamente a 96 °C durante 6 segundos; leyenda: (1) leche inicial que contiene células somáticas; (2) leche microfiltrada sobre 12 µm para eliminar las células somáticas antes del procedimiento;

10 Figura 33: Evolución de la presión transmembranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos) durante una microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm de una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal, previamente emulsionada y seguidamente homogeneizada 2 veces a 650 + 65 bares;

15 Figura 34: Distribución (en % en volumen) de los tamaños de gotitas lípidas (en µm) de una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal estandarizada, emulsionada, homogeneizada 2 veces a 650 + 65 bares y seguidamente microfiltrada sobre 1,4 µm; Leyenda: (1) producto emulsionado, (2) producto homogeneizado 1 vez, (3) producto homogeneizado 2 veces, (4) microfiltrado de 1,4 µm, (5) materia retenida de 1,4 µm;

20 Figura 35: Evolución de la presión transmembranaria (en bares) en el transcurso del tiempo (en minutos) durante una microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 µm de una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal, previamente emulsionada y seguidamente homogeneizada 2 veces a 850 + 85 bares;

25 Figura 36: Distribución (en % en volumen) de los tamaños de gotitas lípidas (en µm) de una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal estandarizada, emulsionada, homogeneizada 2 veces a 850 + 85 bares y seguidamente microfiltrada sobre 0,8 µm; Leyenda: (1) producto emulsionado, (2) producto homogeneizado 1 vez, (3) producto homogeneizado 2 veces, (4) microfiltrado de 0,8 µm, (5) materia retenida de 0,8 µm;

Figura 37: Esquema funcional de una instalación para la realización del procedimiento según la invención.

30 Descripción de la invención

El solicitante se ha propuesto llevar a cabo nuevos procedimientos de tratamiento por microfiltración de un medio alimenticio y/o biológico de interés que contiene gotitas lípidas, ventajosamente en suspensión, que sean adecuadas para permitir una reducción de su contenido bacteriano (es decir, una esterilización) y con lo cual se reduzcan los problemas de taponamiento con respecto a los procedimientos de microfiltración anteriores. Estos procedimientos deberían ser eficaces preferentemente para la purificación microbiana de la leche denominada "entera" o de la leche parcialmente desnatada, que contiene gotitas lípidas en forma de glóbulos grasos.

40 En este contexto, el solicitante se ha propuesto desarrollar un procedimiento que asegure una purificación microbiana eficaz, que se puede llevar a cabo de forma continua durante periodos prolongados (al menos 7 horas) con un taponamiento significativamente reducido con respecto a los procedimientos de tratamiento de la técnica anterior.

45 El solicitante muestra, de forma sorprendente, que estas ventajas se obtienen mediante un procedimiento de tratamiento que comprende la combinación (a) de una etapa de homogeneización compuesta por al menos dos operaciones de homogeneización sucesivas, denominadas operaciones de homogeneización que conducen cada una a una reducción del tamaño de dichas gotitas lípidas, seguidamente (b) una etapa de microfiltración de tipo microfiltración tangencial, aplicada al medio homogeneizado.

50 La eficacia de este procedimiento se manifiesta inesperada. En efecto, los documentos FR-2.699.792 y FR-2.692.441 anteriormente citados presentan justamente la microfiltración tangencial de líquidos que contienen gotitas lípidas como una técnica particularmente sensible a los problemas de taponamiento, que provocan así una rápida caída del flujo de filtración; estos documentos disuaden considerablemente al experto en la técnica de emplear esta técnica de microfiltración tangencial, e incitan expresamente al experto en la técnica a orientarse hacia las técnicas de microfiltración dinámica.

55 Además, aunque ciertos documentos de la técnica anterior describen procedimientos de tratamiento de la leche que incluyen operaciones de homogeneización sucesivas (por ejemplo, Thiebaud et al., International Dairy Journal, 2003, vol 13, issue 6, pág. 427-439), no sugieren en modo alguno que esta técnica de homogeneización fuera interesante o adecuada para optimizar un procedimiento de purificación microbiana por microfiltración, e incluso menos su interés previo para la realización de una microfiltración tangencial.

60 En particular, el documento de Thiebaud et al. (2003) propone utilizar homogeneizaciones a una presión muy elevada para provocar la lisis de las células de los microorganismos y reducir así la flora endógena revivificable que contamina la leche.

65

Por tanto, este documento de Thiebaud et al. (2003) no propone en modo alguno un procedimiento que integre una etapa de microfiltración para asegurar una purificación microbiana.

Por el contrario, la purificación microbiana por microfiltración necesita conservar las células de los microorganismos intactas, revivificables o no, con el fin de que sean físicamente retenidas durante la etapa de microfiltración, de modo que el permeado esté desprovisto o que contenga unos contenidos enormemente reducidos. No obstante, como se indicó con anterioridad, el documento de Thiebaud et al. (2003) propone emplear las técnicas de homogeneización para lisar las células de microorganismos, lo que evitaría su retención por microfiltración y, consecuentemente, haría ineficaz una combinación de esta técnica de homogeneización con un procedimiento de filtración.

En comparación con la tecnología clásica que utiliza tratamientos térmicos para la purificación microbiana de las lechas de consumo, la invención permite:

a/ producir una leche que contiene materia grasa exenta de microorganismos y de células somáticas, siendo la ventaja de la microfiltración la eliminación física de los microorganismos y de las células somáticas que son retenidas sobre las membranas, y

b/ asegurar la conservación de las cualidades bioquímicas, organolépticas y nutritivas originales de las leches que contienen materia grasa, que son habitualmente alteradas por los tratamientos a temperatura elevada.

Con respecto a la leche desnatada purificada por microfiltración, y en la que la materia grasa ha sido seguidamente añadida, la invención permite:

a/ eliminar el circuito paralelo de tratamiento térmico de la nata, actualmente utilizado en la industria para la fabricación de la leche de consumo,

b/ evitar los eventuales tratamientos térmicos múltiples de la nata: antes del desnatado, después del desnatado y después de la mezcla/homogeneización con la leche desnatada purificada, que conduce a una alteración de las vitaminas liposolubles (vitaminas A, D, E, K) que son sensibles a la temperatura, y

c/ asegurar la ausencia de células somáticas, esporas y cadáveres bacterianos procedentes del tratamiento térmico de la nata.

Con respecto a los procedimientos que emplean una microfiltración dinámica sobre la leche entera, como se describe particularmente en el documento FR-2.699.792, la invención aporta el interés de proponer un procedimiento industrializable, en el sentido de que es adecuado para asegurar una microfiltración eficaz del medio líquido de interés, durante periodos prolongados (preferentemente al menos 7 horas) y esto sin una limpieza frecuente que ocasione la interrupción del procedimiento (en comparación con las limpiezas necesarias cada dos a tres horas para mantener un caudal suficiente, en el documento FR-2.699.792).

En el caso de la leche de mamífero, este procedimiento permite ventajosamente, por una parte, un rendimiento interesante en términos de paso de la materia grasa y de las proteínas a través de la membrana, a saber, preferentemente de al menos 70%, preferentemente incluso 85% y preferentemente incluso de aproximadamente 90% y, por otra parte, una desnaturalización limitada de las proteínas lácteas, a saber, preferentemente una proporción de desnaturalización de las proteínas solubles inferior a 10%.

Como se ilustra en las figuras 1 y 2, el procedimiento de tratamiento según la invención comprende, partiendo de un medio biológico y/o alimenticio de interés que contiene gotitas lípidas, ventajosamente en suspensión, al menos la sucesión de las etapas siguientes:

(a) una etapa de homogeneización aplicada a dicho medio de interés, de manera que se generen, en dicho medio de interés, gotitas lípidas que tiene un diámetro adecuado para permitir seguidamente su paso a través de una membrana de microfiltración que tiene un límite de corte de determinado, comprendiendo dicha homogeneización al menos dos operaciones de homogeneización sucesivas aplicadas sobre dicho medio de interés, conduciendo estas operaciones de homogeneización cada una a una reducción del tamaño de dichas gotitas lípidas,

(b) una etapa de microfiltración tangencial aplicada a dicho medio de interés, procedente de la etapa (a), sobre una membrana que tiene un límite de corte que permite el paso en el permeado de al menos una parte de dichas gotitas lípidas, reteniendo siempre en la materia retenida al menos una parte de las bacterias, y

(c) la recuperación de dicho permeado procedente de la etapa (b) constituyendo dicho permeado un medio alimenticio y/o biológico homogeneizado cuyo contenido bacteriano es reducido con respecto al medio de interés antes de la realización de dicho procedimiento.

Por tanto, el microfiltrado, permeado o filtrado de microfiltración (que es la fracción del medio de interés que atraviesa la membrana de microfiltración) se compone de un medio con un contenido bacteriano nulo, o al menos

reducido (con respecto al medio de interés antes del tratamiento) esencialmente sin cambios de los contenidos de materias grasas y proteínas.

5 La fracción del concentrado o materia retenida (que es la fracción del medio retenido por la membrana de microfiltración) se compone de un medio que tiene un contenido bacteriano aumentado (con respecto al medio de interés antes de su tratamiento).

10 Preferentemente, este procedimiento conduce a una retención, en la materia retenida, de al menos un 99,9% de las bacterias en el caso de una microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 μm ; y este procedimiento conduce a un contenido bacteriano inferior a 1 UFC/ml en el microfiltrado para una microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 μm .

Para precisar todavía los diferentes aspectos de la presente invención, se detallarán sucesivamente a continuación:

15 1/ los medios alimenticios y/o biológicos de interés, particularmente adecuados para la realización del procedimiento según la invención,

2/ las características de la etapa de homogeneización, realizada en el contexto de la presente invención,

20 3/ las características de la etapa de microfiltración tangencial, realizada en el contexto de la presente invención,

4/ las características de una etapa opcional para el tratamiento térmico final del medio homogeneizado y microfiltrado,

25 5/ una forma de realización posible para una instalación de realización del procedimiento,

6/ los parámetros biológicos específicos de los productos lácteos obtenidos a la finalización del procedimiento según la invención,

30 7/ modos de realización particulares del procedimiento de tratamiento según la invención, y

8/ ejemplos que ilustran el interés y la eficacia del procedimiento de tratamiento según la invención.

Medios alimenticios y/o biológicos de interés

35 El medio alimenticio y/o biológico de interés consiste, de forma general, en un líquido que contiene gotitas lípidas ventajosamente en suspensión. Este medio consiste incluso ventajosamente en una emulsión de tipo aceite en agua.

40 Para poder estar sometidos al procedimiento de la invención, conviene que los medios que van a ser tratados sean adecuados para bombeados, de manera que puedan ser sometidos a etapas de homogeneización (a) y microfiltración tangencial (b). Estos medios tratados por tanto pueden emulsiones, suspensiones o líquidos que contienen gotitas lípidas. Por tanto se puede tratar, como se indicó anteriormente, de medios biológicos y/o medios alimenticios muy preferentemente leche o un producto procedente de la leche, como la nata, el lactosuero o el suero
45 de leche, o una mezcla que contiene una o varias leches o uno o varios componentes de la leche eventualmente con una o varias materias grasas vegetales y/o animales.

50 La leche puede proceder de cualquier hembra lechera: vaca, cabra, oveja, burra, búfala, jumento, mujer, de forma aislada o mezclada. El procedimiento de la invención es particularmente apropiado para el tratamiento de la leche entera o la leche parcialmente desnatada (en particular de la leche cruda).

En lo que sigue, la invención se describe de forma general en referencia a la leche. Esto constituye, en efecto, un caso particularmente interesante de líquido alimenticio y biológico que puede ser sometido al procedimiento según la
55 invención.

La materia grasa contenida en la leche producida por mamíferos (vacas, cabras, ovejas, búfalas, jumentos, asnas, mujeres, etc.) está como máximo en 95% en forma de gotitas lípidas esféricas, denominadas glóbulos grasos, visibles al microscopio óptico, que tienen un diámetro que varía entre 0,1 y 20 μm .

60 Lo que se refiere a la leche de vaca, su diámetro medio se sitúa entre 3 y 5 μm y su dispersión gaussiana está comprendida mayoritariamente entre 1 y 10 μm . Los glóbulos grasos más numerosos (80%) tienen un diámetro inferior a 1 μm , pero solo representan una proporción muy pequeña en peso de la materia grasa láctea. La distribución de tamaño de los glóbulos grasos de la leche varía ligeramente con la raza, la alimentación y el estado de lactación de las vacas. Los glóbulos grasos nativos de la leche están envueltos por una membrana de estructura
65 compleja que comprende mayoritariamente (i) numerosas especies proteicas (20 a 40 según los autores) que

pueden estar glicosiladas como butirofilina o tener propiedades enzimáticas como xantina oxidasa, (ii) lípidos complejos (fosfolípidos, esfingolípidos y glicolípidos, de los que algunos presentan glicaciones complejas, particularmente ácido siálico, N-acetil-galactosamina, etc.). Esta membrana nativa de los glóbulos grasos rodea un núcleo compuesto mayoritariamente por triglicéridos (98% de los lípidos de la leche), que están parcialmente cristalizados a temperatura ambiente (López et al., 2008).

La leche de mamífero que va a ser tratada se presenta ventajosamente en forma de leche entera, o preferentemente incluso de una leche parcialmente desnatada (incluso preferentemente en forma de una leche denominada "semidesnatada"). La leche llega ventajosamente en cisternas. Preferentemente es leche cruda, pero puede también estar pasteurizada (72 a 80 °C, durante 10 a 20 segundos).

Mediante "leche entera" se entiende en particular una leche cruda, no tratada. Se entiende incluso una leche de consumo cuyo contenido de materia grasa ha sido previamente estandarizado a aproximadamente 36 g/litro; seguidamente se detalla esta etapa de estandarización.

Mediante "leche parcialmente desnatada", se entiende la separación y la eliminación de una parte de los glóbulos grasos con respecto al resto de la leche. Este fenómeno, denominado desnatado, está basado en la diferencia de peso en volumen (densidad) que existe entre los glóbulos grasos y el líquido en el que están en suspensión o dispersados. Se puede citar para esto, en particular, el desnatado denominado "centrífugo", en el que la leche entera es sometida a una rotación centrífuga de aproximadamente 4.000 a 5.000 revoluciones/minuto, en el interior de una acumulación de discos cónicos (Towler, 1986, Modern Dairy Technology, Edition Robinson), y se separa de forma continua en nata y leche desnatada. La nata obtenida según este procedimiento, se vuelve a introducir en la leche desnatada en proporciones variables según lo que se desea obtener de concentración de materia grasa en la leche de consumo (por ejemplo, 15 o 36 g/litro de materias grasas para las leches denominadas semidesnatadas o leches denominadas enteras, respectivamente). Este desnatado permite igualmente eliminar partículas exógenas de la leche (paja, etc.) y una parte de las células somáticas de la leche.

Como se ilustra en la figura 2, la leche entera puede ser sometida eventualmente también a una etapa previa de microfiltración tangencial sobre membrana de 12 µm. Esta etapa tiene por objeto eliminar las células somáticas y las partículas exógenas de la leche entera. Se trata ventajosamente de una etapa previa a la etapa (a) de homogeneización, realizada justo después de la recepción de la leche entera cruda. Una vez que las células somáticas son eliminadas por microfiltración sobre membrana de 12 µm, la estandarización del contenido de materias grasas de la leche puede ser obtenida mediante desnatado de solamente una parte de la leche, seguida de adición de la leche desnatada a la leche en bruto sin células somáticas.

Como se ha ilustrado también en la figura 2, el contenido de materias grasas y/o de proteínas del medio de interés puede ser todavía estandarizado de forma que se tenga en cuenta particularmente la composición final buscada, pero igualmente los rendimientos y las pérdidas al final de la etapa de microfiltración tangencial (b) del procedimiento de tratamiento. Estas etapas de estandarización se describen a continuación.

Por ejemplo, el contenido de materias grasas estandarizado puede tener en cuenta las pérdidas asociadas a la etapa de microfiltración tangencial (b). Igualmente, en el caso de que la leche inicial fuera escasa en proteínas, puede ser prevista una estandarización del contenido de proteínas.

Esta estandarización del contenido de materia grasa y/o proteínas se puede realizar en el transcurso del procedimiento de tratamiento:

- antes de la etapa de homogeneización (a), y/o
- entre las etapas de homogeneización (a) y de microfiltración (b).

Por otra parte, el medio alimenticio de interés puede consistir incluso en un producto que procede de la leche de un mamífero.

Este producto consiste por tanto ventajosamente en una nata, obtenida mediante concentración de los glóbulos grasos de una leche de mamífero. Esta nata, de uso generalizado en la industria lechera, constituye un medio fuertemente enriquecido en glóbulos grasos de leche (su contenido es de aproximadamente 400 g/kg). Esta nata puede ser eventualmente estandarizada en materia grasa y enriquecida en otros componentes de la leche como las proteínas. Preferentemente, esta nata estandarizada comprende una relación de proteínas/materia grasa comprendida entre 0,3 y 0,8, preferentemente de aproximadamente 0,5.

El medio de interés puede consistir igualmente en una preparación basada en leche, preferentemente en leche desnatada, a la que se añaden materias grasas vegetales emulsionadas, como la leche denominada "infantil" o la leche denominada de "crecimiento".

Estas leches infantiles y de crecimiento contienen, de forma clásica por sí misma, gotitas lípidas cuya materia grasa

es de origen vegetal o consiste en una mezcla de materias grasas vegetales y animales. Contienen preferentemente también azúcares (lactosa, maltodextrina), proteínas, vitaminas y minerales.

5 Esta materia grasa vegetal puede estar compuesta por una mezcla de aceites, en que los aceites son escogidos ventajosamente entre aceite de colza, aceite de soja, aceite de coco, aceite de girasol o aceite de palma.

Incluso de forma preferente, este producto comprende una relación de proteínas/materia grasa comprendida entre 0,3 y 0,8 y, preferentemente, de aproximadamente 0,5.

10 Estas leches infantiles y las leches de crecimiento se presentan en detalle, por ejemplo, en la Directiva Europea 2006/141/CE de 22 de diciembre de 2006 "relativa a preparaciones para lactantes y preparaciones derivadas y modifica la directiva 1999/21/CE".

Etapa de homogeneización del procedimiento según la invención (etapa (a))

15 La homogeneización es un método mecánico para reducir el tamaño de las partículas en suspensión en un medio.

20 La etapa de homogeneización es aplicada al medio de interés de forma que las gotitas lípidas dispersadas o en suspensión en dicho medio de interés se sometan a una reducción de diámetro adaptada en función del límite de corte de la membrana de microfiltración empleada en la etapa siguiente de microfiltración tangencial (b). Más precisamente, estas gotitas lípidas generadas son reducidas a un tamaño suficiente para permitir su paso a través de la membrana de microfiltración.

25 En el contexto de la presente invención, se ha mostrado que, de forma sorprendente, la aplicación de al menos dos operaciones de homogeneización sucesivas sobre el medio de interés, permite optimizar significativamente la etapa siguiente de microfiltración tangencial (b).

30 Mediante "una operación de homogeneización" se entiende una operación que conduce a una reducción del tamaño de las gotitas lípidas en el medio sometido a dicha operación.

Estas operaciones de homogeneización sucesivas son ventajosamente en un número de dos o tres y, todavía preferentemente, en un número de dos.

35 Mediante "operaciones de homogeneización sucesivas", se entiende un procedimiento que comprende las etapas siguientes:

(i) el medio de interés se somete a una primera operación de homogeneización, seguidamente

40 (ii) el medio procedente de dicha primera operación de homogeneización (i) se somete a una segunda operación de homogeneización, seguidamente

(iii) el medio procedente de la segunda etapa de homogeneización (ii) es recuperado para la realización de la etapa siguiente de microfiltración tangencial (b).

45 En función del número de operaciones de homogeneización deseadas, se pueden realizar todavía operaciones de homogeneización complementarias de forma sucesiva entre la etapa de la segunda homogeneización (ii) y la etapa de recuperación (iii). En el procedimiento de la invención, se puede utilizar cualquier tipo de homogeneizador. Se utilizará en particular un homogeneizador a presión elevada.

50 El experto en la técnica conoce las características generales de las instalaciones de homogeneización y, si es necesario, puede incluso recurrir particularmente al documento "Homogénéisation à haute pression des dispersions alimentaires liquides", redactado por Sébastien Roustel, Technique de l'Ingénieur (2010) o "The high pressure dairy homogenizer" L.W Phipps, Technical Bulletin, Ed NIRD (1985).

55 De forma general, los homogeneizadores se pueden dividir en dos categorías:

- homogeneizadores de "etapa única", que comprenden un único cabezal o válvula de homogeneización, y

60 - homogeneizadores de "dos etapas", equipados con dos cabezales o válvulas de homogeneización, dispuestos en cascada.

Para esta segunda categoría de homogeneizador, el medio que contiene las gotitas lípidas pasa por tanto a través de dos cabezales o válvulas sucesivas, en que dichos cabezales o válvulas tienen cada una una función bien específica plasmada por una presión diferente.

65 En la práctica, la primera etapa, en dirección ascendente, es aquella en la que es aplicada, en el cabezal o la

- válvula, una presión que tiene el efecto de disminuir el tamaño de las gotitas lípidas y que corresponde a una de las operaciones de homogeneización según la invención. La segunda etapa, en dirección descendente, se refiere por su parte a aquella en que la presión aplicada en el cabezal o la válvula corresponde ventajosamente entre un 10% y un 20% de la presión aplicada sobre el cabezal o válvula de dicha primera etapa. La función de la segunda etapa es por tanto romper los agregados o flóculos que se forman en el medio después del paso a través de la primera etapa anteriormente citada.
- 5
- Por ejemplo, en el caso de un mamífero, el homogeneizador consiste ventajosamente en un aparato que permite proyectar la leche bajo una presión muy elevada en un tubo en la extremidad del cual se aplica una válvula (por ejemplo, una válvula de cierre cónica de ágata o acero, asociada a un recinto). La leche se encuentra laminada al pasar a través de esta válvula, lo que conduce a una reducción del tamaño de los glóbulos grasos y a la rotura de la membrana globular nativa.
- 10
- En la práctica, las operaciones de homogeneización sucesivas se pueden realizar ventajosamente (i) ya sea por circulación del medio de interés al interior de un homogeneizador único (en etapa única o en dos etapas), (ii) ya sea mediante el paso del medio de interés al interior de dos homogeneizadores (cada uno de etapa única o de dos etapas) dispuestos en serie.
- 15
- Por otra parte, particularmente en el caso de la leche de mamífero, la temperatura aplicada al medio es un parámetro importante: conviene preferentemente evitar una desnaturalización de las proteínas solubles por un par de tiempo/temperatura demasiado elevado, manteniendo siempre una temperatura situada por encima de la temperatura de fusión de la materia grasa (entre 40 y 42 °C para los glóbulos grasos procedentes de leche de mamífero).
- 20
- Para evitar o al menos limitar las alteraciones asociadas a los fenómenos térmicos de recalentamiento, la etapa de homogeneización (a) se realiza preferentemente según parámetros (particularmente de temperatura del medio y de presión de homogeneización) que aseguren un mantenimiento de la temperatura del medio de interés en un intervalo de valores comprendido entre 30 °C y 100 °C, preferentemente entre 30 °C y 90 °C, incluso preferentemente entre 30 °C y 65 °C a 70 °C y comprendido preferentemente entre 40 °C y 70 °C, incluso preferentemente entre 45 °C y 65 °C, a todo lo largo de dicha etapa de homogeneización (a). Conviene tener en cuenta en efecto particularmente la elevación de la temperatura generada por cada una de las operaciones de homogeneización sucesivas.
- 25
- 30
- 35
- 40
- Para mantener esta temperatura en el intervalo de valores deseado, está previsto preferentemente realizar una operación de enfriamiento sobre el medio de interés entre las dos operaciones de homogeneización sucesivas. Esta operación de enfriamiento está destinada a permitir el aumento de la temperatura del medio en el transcurso de cada operación de homogeneización, asegurando siempre el mantenimiento de esta temperatura en el intervalo de valores térmicos tolerado. Esta operación de enfriamiento intermedio contribuye por tanto a limitar, incluso evitar la desnaturalización de las proteínas solubles, manteniendo siempre una temperatura situada por encima de la fusión de la materia grasa.
- Las operaciones de homogeneización sucesivas de esta etapa (a) cumplen ventajosamente cada uno de los parámetros siguientes:
- 45
- una presión comprendida entre 300 y 950 bares y, incluso preferentemente, comprendida entre 500 y 950 bares,
 - una temperatura de entrada del medio de interés, antes de cada homogeneización, comprendida entre 30 °C y 65 °C, preferentemente entre 43 °C y 47 °C, e incluso preferentemente de aproximadamente 45 °C (estas temperaturas son útiles en particular para la leche y, más generalmente, para los medios de interés que contienen proteínas solubles).
- 50
- El solicitante muestra que los parámetros correspondientes se manifiestan particularmente interesantes para mantener la temperatura en el intervalo de temperaturas tolerado por el medio, para limitar la desnaturalización proteica del medio y, también, de forma completamente inesperada, para optimizar la eficacia de la etapa siguiente de microfiltración tangencial (b).
- 55
- De forma general, si la desnaturalización proteica del medio no es un factor limitativo, la temperatura del medio de interés puede ser mantenida en un intervalo de valores más amplio, a saber, comprendido entre 30 °C y 100 °C.
- 60
- En el caso de un homogeneizador de dos etapas, la presión de homogeneización anteriormente citada corresponde a la presión aplicada en la primera etapa; la presión de la segunda etapa es regulada habitualmente a un valor correspondiente a aproximadamente 10% de la presión de dicha primera etapa.
- 65
- Por convenio, en la presente descripción, se apreciarán las presiones de homogeneización “n + m bares” para las que “n” y “m” corresponden respectivamente a las presiones aplicadas en la primera y en la segunda etapa.

En su caso, el medio de interés es ajustado en temperatura mediante calentamiento o enfriamiento, antes de cada operación de homogeneización, de manera que se alcance la temperatura de entrada buscada.

5 En la práctica, los parámetros de las operaciones de homogeneización y, en particular, la presión utilizada, están adaptados en función del límite de corte escogido para la membrana utilizada durante la etapa de microfiltración tangencial (b).

10 En particular, en el caso de una membrana que tenga un límite de corte de aproximadamente 1,4 μm , las dos operaciones de homogeneización sucesivas se realizan ventajosamente cada una a una presión de aproximadamente 300 a 900 bares y, incluso preferentemente, de aproximadamente 600 bares.

15 Estos parámetros están adaptados en particular para reducir las gotitas lípidas de tamaño superior a 1 μm , con el fin de facilitar la etapa de microfiltración tangencial (b) sobre una membrana que tiene un límite de corte de 1,4 μm . Más precisamente, esta etapa de homogeneización (a) se realiza ventajosamente de forma que al menos un 85% y, preferentemente, incluso al menos un 95% de las gotitas lípidas tengan un diámetro inferior a 1 μm .

20 En el caso de una membrana que tenga un límite de corte de aproximadamente 0,8 μm , la etapa de homogeneización (a) comprende ventajosamente dos operaciones de homogeneización sucesivas, realizadas cada una a una presión de aproximadamente 700 a 900 bares, e incluso preferentemente de aproximadamente 800 bares.

25 Estos segundos parámetros del procedimiento de homogeneización están adaptados en particular para disminuir las gotitas lípidas de tamaño superior a 0,3 μm , con el fin de facilitar la etapa de microfiltración tangencial (b) sobre una membrana que tiene un límite de corte de 0,8 μm . Más precisamente, esta etapa de homogeneización (a) se realiza de forma que al menos un 85% y, preferentemente, al menos un 95% de las gotitas lípidas tengan un tamaño inferior a 0,3 μm .

Etapa de microfiltración tangencial del procedimiento según la invención (etapa (b))

30 La etapa de microfiltración tangencial (b) realizada sobre el medio de interés homogeneizado procedente de la etapa (a) según la invención, permite separar un microfiltrado o permeado y una materia retenida.

35 Mediante "microfiltración tangencial" se entiende una técnica en la que el líquido o medio que va a ser tratado circula paralelamente o tangencialmente a la superficie de la membrana de microfiltración fija. Mediante "microfiltración tangencial" se entiende igualmente una técnica en la que el paso a través de los poros de una membrana de una parte al menos del líquido o del medio que va a ser tratado, también denominada filtración, se produce en una dirección perpendicular a la dirección de flujo del líquido o el medio suministrado. La membrana de microfiltración actúa como una barrera selectiva.

40 En la práctica, el medio de interés procedente de la etapa (a), es decir, que contiene las gotitas lípidas homogeneizadas, hace la función de una etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana que tiene un límite de corte que permite el paso en el permeado de al menos una parte de dichas gotitas lípidas, reteniendo siempre en la materia retenida al menos una parte de las bacterias. El permeado, procedente de esta etapa (b), constituye un medio alimenticio y/o biológico homogeneizado cuyo contenido bacteriano es reducido con respecto al medio antes de la realización del procedimiento.

50 El experto en la técnica conoce las características generales de los dispositivos de microfiltración tangencial y, si es necesario, puede recurrir particularmente al documento FR-2.776.208; se puede citar igualmente el artículo de L. Saboya y JL Maubois "Current developments of microfiltration technology in the dairy industry" (Lait, 2000, 80, págs. 541-553).

55 En el procedimiento de la invención se puede utilizar cualquier tipo de membrana, por ejemplo, orgánica, compuesta o preferentemente mineral, con la condición de que la membrana considerada esté adaptada para la instalación de la microfiltración tangencial utilizada.

La realización propiamente dicha de la microfiltración en corriente tangencial se realiza en una instalación de tipo conocido.

60 El procedimiento de la instalación se puede adaptar a una realización continua o discontinua.

En el caso de una realización continua, es decir, en el caso de un procedimiento de tratamiento por tandas, la cantidad determinada del medio que va a ser tratado se pone en contacto con las membranas en la unidad de filtración, hasta la obtención de un permeado y una materia retenida que tienen las propiedades deseadas.

65 Pero las instalaciones de microfiltración tangencial se pueden adaptar también a una realización continua, según la

cual el medio que va a ser tratado se pone en contacto con membranas de forma continua, siendo escogidas las condiciones de funcionamiento de la instalación para permitir recoger, igualmente de forma continua, un permeado y una materia retenida que tienen las propiedades deseadas.

5 Además, el producto que va a ser tratado es introducido mediante una bomba de alimentación en un bucle de recirculación de flujo tangencial y pasa por canalizaciones cuya superficie interna está constituida por membranas de características apropiadas (particularmente en términos límite de corte de los poros). La recirculación del permeado en contracorriente permite asegurar una presión transmembranaria uniforme. Una parte del producto, permeado o microfiltrado, pasa a través de la membrana y es recogido en un recinto esterilizado. La parte del medio de interés
10 que no pasa a través de la membrana (o materia retenida) es recogida a la salida del dispositivo de microfiltración según el factor de concentración en volumen buscado (sistema de extracción continua). En la práctica, las instalaciones se presentan en la forma de un sistema en bucle. Estos bucles pueden estar asociados en paralelo para constituir instalaciones de mayor capacidad.

15 La realización de esta etapa de microfiltración tangencial (b) se asegura con respecto a las condiciones hidrodinámicas apropiadas.

El solicitante demuestra que las condiciones siguientes están particularmente adaptadas para el tratamiento del producto procedente de la etapa de homogeneización (a), en particular para la leche de mamífero, en las cuales:

20 - una temperatura para el medio homogeneizado ajustada entre 50 °C y 60 °C y, incluso preferentemente, entre 56 °C y 57 °C,

25 - un caudal de permeación comprendido entre 150 y 300 l/h/m²,

- un factor de concentración en volumen comprendió entre 8 y 25,

- una velocidad de barrido comprendida entre 6 y 8 m/s, y

30 - una presión de alimentación que varía entre 1,5 y 2,5 bares.

El factor de concentración en volumen (también denominado en lo que sigue "EFV") se obtiene mediante la fórmula siguiente:

35 $FCV = \text{Caudal de fluido entrante} / \text{Caudal de materia retenida}$

El caudal de fluido entrante se obtiene mediante la fórmula siguiente:

40 $\text{Caudal de fluido entrante} = (\text{caudal de permeado} + \text{caudal de materia retenida})$

La etapa de microfiltración (b) implica ventajosamente al menos una microfiltración tangencial con una membrana que posee un límite de corte comprendido entre 0,5 µm y 1,8 µm. Este límite de corte corresponde al diámetro medio de los poros de la membrana. Este límite de corte corresponde ventajosamente a un límite de corte denominado "eficaz" comprendido entre 0,2 µm y 1,6 µm, respectivamente.

45 Como ejemplo, el diámetro de los poros puede ser determinado mediante el procedimiento denominado de "permeometría", ventajosamente calibrado en referencia a la porosidad con mercurio, con una preparación específica de muestras para obtener una información válida de las capas filtrantes.

50 En la presente descripción y por motivos de sencillez, se emplean incluso los términos de "membranas de x µm", en la que el valor de "x" es el límite de corte correspondiente al diámetro medio de los poros de la membrana.

Esta etapa de microfiltración tangencial (b) se puede realizar con una sola membrana de microfiltración que responda a esta definición o bien en cascada, es decir, que puede ser practicada mediante una o varias
55 microfiltraciones sucesivas con límites de corte iguales o diferentes situados en el intervalo de límites de corte comprendidos entre 0,5 y 1,8 µm.

60 El factor de concentración en volumen buscado está comprendido ventajosamente entre 8 y 100, preferentemente entre 8 y 25, e incluso preferentemente de aproximadamente 20.

En el caso de una etapa de microfiltración tangencial (b) en cascada, este factor de concentración en volumen final se obtiene ventajosamente mediante:

65 - una primera microfiltración realizada según un factor de concentración en volumen de aproximadamente 10, seguidamente

- una segunda microfiltración realizada según un factor de concentración en volumen de aproximadamente 2 a 10.

En la práctica, en el caso de que el objetivo sea una reducción parcial del contenido bacteriano del medio alimenticio y/o biológico homogeneizado, la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza sobre una membrana que tiene un límite de corte medio comprendido entre 1 μm y 1,8 μm , e incluso preferentemente de aproximadamente 1,4 μm ; es decir, ventajosamente un límite de corte efectivo comprendido entre 1 μm y 1,6 μm .

Mediante "reducción parcial del contenido bacteriano" se entiende una reducción decimal de al menos 3 log del contenido bacteriano y/o un valor expresado en UFC/ml inferior a 50 (y preferentemente inferior a 10).

Para esterilizar el medio alimenticio y/o biológico homogeneizado, la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza ventajosamente sobre una membrana que tiene un límite de corte comprendido entre 0,5 y 0,9 μm , e incluso preferentemente de aproximadamente 0,8 μm ; esto corresponde ventajosamente a límite de corte efectivo comprendido entre 0,2 μm y 0,8 μm . La utilización de una membrana con un límite de corte medio de 0,8 μm permite esterilizar físicamente la leche, es decir, una retención de 100% de las bacterias y de las células somáticas.

Se entiende por "esterilización" la eliminación de todas las bacterias del medio, o al menos un valor de UFC/ml inferior a 1.

De forma general, el valor de UFC/ml se entiende para la flora total en el medio, incluso preferentemente la flora aeróbica mesófila revivificable a 30 °C. Este valor puede ser determinado mediante la técnica descrita, por ejemplo, en el documento de Trouvé et al. (1991) Lait, 71, págs. 1-13.

En el caso de la leche de mamífero, la microfiltración se realiza sobre la leche estandarizada en materia grasa (entera o parcialmente desnatada), a la que ha sido aplicada una operación de homogeneización (a). Se filtra así un medio que presenta la composición bioquímica de la leche estandarizada en materia grasa y eventualmente en proteínas, en que los glóbulos grasos son homogeneizados. El microfiltrado contiene así todas las partículas que han pasado a través de la membrana: proteínas (caseínas y proteínas séricas), nitrógeno no proteico, lactosa, sales minerales solubles y gotitas lípidas homogeneizadas. La materia retenida presenta por su parte la composición de la leche original, enriquecida en partículas que no han pasado a través de membrana: una parte de las proteínas (caseínas en particular), gotitas lípidas homogeneizadas pero, sobre todo, bacterias y células somáticas. Esta materia retenida de microfiltración puede ser aprovechada, por ejemplo, en forma de queso blanco, después de haber sido sometida a un tratamiento térmico; de forma alternativa, esta materia retenida puede ser sometida a una nueva operación de microfiltración tangencial según los parámetros desarrollados con anterioridad, de forma que se aproveche este coproducto procedente de la primera operación de microfiltración tangencial.

Como se ilustra en la figura 2, se utilizan preferentemente:

- una membrana de 0,8 μm para la microfiltración de leche semidesnatada homogeneizada, y
- una membrana de 1,4 μm para la microfiltración de leche semidesnatada o entera homogeneizada.

Etapa de tratamiento térmico final (etapa de (d))

En función de la duración de la conservación deseada, el medio de interés tratado (es decir, homogeneizado y seguidamente microfiltrado) puede ser objeto de una etapa final y facultativa de tratamiento térmico (etapa (d)). El objetivo de esta etapa de tratamiento térmico es inactivar las enzimas susceptibles de alterar la calidad de la leche en el transcurso del almacenamiento (proteasas, lipasas, etc.) y también destruir las bacterias residuales particularmente después de la microfiltración de 1,4 μm . Por ejemplo, y como se ilustra en la figura 2, para las leches de mamífero microfiltradas que se conservan a menos de 4 °C, el tratamiento térmico final puede ser de tipo pasteurización, con la aplicación de un tratamiento térmico de aproximadamente 72 °C durante 15 segundos.

Para las leches de mamíferos microfiltradas destinadas a ser conservadas de tres a seis meses a temperatura ambiente (es decir, ventajosamente de aproximadamente 20 °C), se puede prever un tratamiento térmico de inactivación enzimática a 96 °C durante 6 segundos (véase la figura 2).

Este tratamiento térmico se puede realizar por medio de cualquier dispositivo apropiado. Se pueden citar los dispositivos de tratamiento térmico de tipo pasteurizador o esterilizador disponibles.

Instalación para la realización del procedimiento según la invención

La presente invención trata adicionalmente sobre una instalación para la realización del procedimiento.

Esta instalación comprende ventajosamente:

(i) un recinto de homogeneización que comprende al menos un homogeneizador, para la realización de la etapa (a),

(ii) un recinto de microfiltración, para la realización de la etapa (b), y, opcionalmente,

5 (iii) un recinto de tratamiento térmico, para la realización de la etapa (d).

Estos recintos se disponen en serie, conectados hidráulicamente mediante conductos adaptados.

10 El recinto de homogeneización comprende ventajosamente dos homogeneizadores (de etapa única o de dos etapas) dispuestos en serie.

Estos diferentes recintos se describen con anterioridad en relación con el procedimiento según la invención.

15 Según una forma de realización posible ilustrada esquemáticamente en la figura 37, adaptada para el tratamiento de leche entera, la instalación comprende sucesivamente, en dirección ascendente hacia la parte descendente teniendo en cuenta el sentido de desplazamiento del producto tratado, los elementos funcionales siguientes:

- una cuba refrigerada 1, para mantener la leche entera a 4 °C,

20 - un intercambiador de calor 2, para aumentar la temperatura de la leche a 50 °C,

- un dispositivo 3 para el desnatado de la leche a 50 °C, que permite la separación de la leche desnatada 4 y de la nata 5 (utilizada para la estandarización de la leche en materia grasa),

25 - una cuba 6 para el almacenamiento de la leche estandarizada,

- un intercambiador de calor 7, para ajustar la temperatura de la leche estandarizada a la temperatura deseada para la primera homogeneización,

30 - un primer homogeneizador 8 de dos etapas (por ejemplo, presiones de 600 o de 800 bares aplicadas sobre la primera etapa y de 10 a 20% de esta presión aplicada sobre la segunda etapa),

- un intercambiador de calor 9, para ajustar la temperatura de la leche estandarizada, homogeneizada una vez, a la temperatura deseada para la segunda homogeneización,

35 - un segundo homogeneizador 10 de dos etapas (por ejemplo, presiones de 600 o de 800 bares aplicadas sobre la primera etapa y 10 a 20% de esta presión aplicada sobre la segunda etapa),

- una cuba 11 para el almacenamiento de la leche estandarizada y homogeneizada dos veces,

40 - un primer dispositivo de microfiltración tangencial UTP 12, para la purificación microbiológica de la leche (temperatura de la operación 57 °C; primera etapa de microfiltración tangencial),

45 - un segundo dispositivo de microfiltración tangencial UTP 13 (segunda etapa de microfiltración tangencial), para el tratamiento de la materia retenida obtenida en la primera etapa de microfiltración tangencial (siendo reintegrada la materia filtrada al microfiltrado obtenido sobre la primera etapa de microfiltración tangencial),

- un dispositivo de tratamiento térmico 14,

50 - un recinto 15 para el envasado, en estado esterilizado, del producto purificado microbiológicamente, y

- un recinto 16 para el almacenamiento del producto purificado microbiológicamente.

Medios alimenticios y/o biológicos homogeneizados y microfiltrados

55 De forma general, el producto obtenido al final del procedimiento continúa siendo un medio alimenticio y/o biológico y, más precisamente, un líquido que contiene gotitas lípidas ventajosamente en suspensión.

60 La invención se refiere igualmente a los productos lácteos obtenidos mediante la realización del procedimiento según la invención.

Para definir este producto, se pueden utilizar en particular características relativas a la distribución del tamaño de las gotitas lípidas.

65 Se puede citar, por ejemplo, su población de gotitas lípidas la más importante en volumen, denominada también "modo", medida en μm .

La distribución de tamaño de las gotitas lípidas puede estar caracterizada por un diámetro denominado "Sauter" ($d_{3,2}$) y un valor $d_{4,3}$, definidos respectivamente por las fórmulas siguientes:

$$d_{3,2} = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2}$$

$$d_{4,3} = \frac{\sum n_i d_i^4}{\sum n_i d_i^3}$$

en las que n_i es el número de gotitas lípidas con un diámetro d_i .

Estos dos valores permiten evaluar mejor la distribución del tamaño de las gotitas lípidas contenidas en el medio de interés.

Esta población de gotitas lípidas se determina, por ejemplo, mediante la técnica de granulometría láser.

Un primer producto lácteo según la invención, ventajosamente una leche parcialmente desnatada, presenta un contenido de materia grasa total inferior a 40 g/kg, preferentemente de aproximadamente 10 a 40 g/kg, incluso preferentemente de aproximadamente 30 a 40 g/kg (es decir, por ejemplo, una leche denominada "entera" en Francia que tiene un contenido de 36 g/kg) o de aproximadamente 10 a 20 g/kg (preferentemente de aproximadamente 15 g/kg para una leche denominada "semidesnatada" en Francia), cuyos parámetros cumplen las características siguientes:

- una población de gotitas lípidas más importante en volumen comprendida en el intervalo situado entre 0,12 y 0,15 μm ,
- un valor de $d_{4,3}$ comprendido entre 0,12 y 0,16 μm ,
- un valor de $d_{3,2}$ comprendido entre 0,10 y 0,12 μm ,
- al menos un 95% de las gotitas lípidas tienen un tamaño máximo de 0,3 μm ,
- un contenido de proteínas solubles cuyo grado de desnaturalización es inferior a 10%, y
- un contenido bacteriano inferior a 1 UFC/ml.

Este producto lácteo procede en particular de un procedimiento realizado sobre una leche estandarizada en materia grasa y que cumple los parámetros siguientes:

- una etapa de homogeneización (a) que comprende dos operaciones de homogeneización sucesivas, realizada cada una a una presión comprendida entre 700 y 900 bares y, preferentemente de aproximadamente 800 bares, y
- una etapa de microfiltración tangencial (b) sobre una membrana que tiene un límite de corte de aproximadamente 0,8 μm (límite de corte efectivo de 0,5 μm).

Este producto lácteo consiste por tanto ventajosamente en una leche parcialmente desnatada, homogeneizada y microfiltrada.

Un segundo producto lácteo según la invención presenta un contenido de materia grasa total inferior a 40 g/kg, preferentemente de aproximadamente 10 a 40 g/kg, preferentemente de aproximadamente 10 a 40 g/kg, incluso preferentemente de aproximadamente 40 g/kg (es decir, por ejemplo, una leche denominada "entera" en Francia que tiene un contenido de 36 g/kg) o de aproximadamente 10 a 20 g/kg (preferentemente de aproximadamente 15 g/kg para una leche denominada "semidesnatada" en Francia), cuyos parámetros cumplen las características siguientes:

- una población de gotitas lípidas más importante en volumen comprendida en un intervalo que se sitúa entre 0,14 y 0,17 μm ,
- un valor de $d_{4,3}$ comprendido entre 0,15 y 0,35 μm ,
- un valor de $d_{3,2}$ comprendido entre 0,12 y 0,16 μm ,
- al menos un 95% de las gotitas lípidas tienen un tamaño máximo de 1 μm ,

- un contenido de proteínas solubles cuyo grado de desnaturalización es inferior a 10%, y
- un contenido bacteriano inferior a 10 UFC/ml.

5 Este producto procede en particular de un procedimiento que parte de una leche entera o estandarizada en materia grasa y que cumple las condiciones siguientes:

10 - una etapa de homogeneización (a) que comprende dos operaciones de homogeneización sucesivas, realizadas cada una a una presión comprendida entre 300 bares y 900 bares y, preferentemente, de aproximadamente 600 bares,

- una etapa de microfiltración tangencial (b) sobre una membrana que tiene un límite de corte de aproximadamente 1,4 μm .

15 Para estos dos productos, el contenido de células somáticas es ventajosamente inferior a 5.000/ml en el límite de detección.

Este producto lácteo consiste ventajosamente en una leche entera, homogeneizada y microfiltrada.

20 Modo de realización

La invención se ilustra adicionalmente, sin limitación alguna, mediante la descripción de diferentes modos de realización del procedimiento para el tratamiento de leche de mamífero, todo en relación con las figuras 3 a 10. Las condiciones utilizadas a un nivel de cada etapa, particularmente de homogeneización y de microfiltración, son ventajosamente como se detallan con anterioridad.

La figura 3 es un esquema de un procedimiento de obtención de una leche parcialmente desnatada, preferentemente semidesnatada con 5 g/kg de materia grasa, que es esterilizada a valores organolépticos y nutricionales elevados.

30 Este procedimiento consiste en aportar una leche entera, cruda o pasteurizada, que constituye el medio de interés.

Se aplica una etapa de desnatado a este medio de interés, de forma que se separe la leche desnatada (cruda o pasteurizada) y la nata.

35 Una parte de la nata así obtenida se vuelve a introducir en la leche desnatada de forma que se estandarice esta última en materia grasa (por ejemplo, 18 g/kg para compensar las pérdidas y el rendimiento de las etapas siguientes). La parte no utilizada de la nata puede ser aprovechada, por ejemplo, como nata de consumo, mantequilla y/o quesos.

40 Seguidamente se aplica una etapa de homogeneización a esta leche estandarizada en materia grasa, comprendiendo esta etapa dos operaciones de homogeneización sucesivas.

45 La leche estandarizada y homogeneizada es objeto seguidamente de una etapa de microfiltración tangencial sobre membrana cuyo límite de corte es de 0,8 μm , lo que permite la purificación bacteriana total del permeado.

Esta etapa de microfiltración tangencial permite recuperar, por una parte, un permeado que constituye la leche esterilizada (sin bacterias) con una concentración de materia grasa de 15 g/kg y, por otra parte, una materia retenida enriquecida en proteínas, en materia grasa y en bacterias con respecto a la leche estandarizada y homogeneizada.

50 Esta leche esterilizada y parcialmente desnatada (preferentemente denominada "semidesnatada" con una concentración de materia grasa de 15 g/kg) puede ser sometida a un tratamiento térmico final cuya intensidad dependerá de la duración de la conservación de la leche buscada. Por ejemplo, para una leche que debe conservarse más de 3 meses a temperatura ambiente, podría ser aplicado un tratamiento térmico de tipo pasteurización (por ejemplo, 96 °C durante 6 segundos).

55 En paralelo, la materia retenida puede ser objeto igualmente de una operación de tratamiento térmico de tipo pasteurización, de forma que se aproveche, por ejemplo, como queso blanco o en el campo de la tecnología quesera.

60 La figura 4 es un esquema de un procedimiento para la obtención igualmente de una leche parcialmente desnatada (preferentemente "semidesnatada" con 15 g/kg de materia grasa), esterilizada, de elevados valores organolépticos y nutricionales, que se distingue de la descrita con anterioridad en relación a la figura 3 por el hecho de que comprende una etapa previa de eliminación de las células somáticas.

65 Más precisamente, esta etapa preliminar consiste en una microfiltración tangencial de una leche cruda o

pasteurizada sobre una membrana que presenta un límite de corte 12 μm . Esta primera etapa permite separar, por una parte, una materia retenida enriquecida en células somáticas y en materia grasa (eventualmente aprovechable en la tecnología quesera) y, por otra parte, un permeado constituido por una leche (cruda o pasteurizada) sin células somáticas.

5 Para estandarizar en materia grasa esta leche desprovista de células somáticas, se pueden llevar a cabo las etapas siguientes:

- una parte de esta leche (sin células somáticas) es desnatada, seguidamente

10 - esta parte de leche desnatada se vuelve a introducir en la parte de leche sin células somáticas, de forma que se diluya su grado de materia grasa hasta el valor deseado (por ejemplo, 18 g/kg).

15 Esta leche sin células somáticas es estandarizada en materia grasa para ser sometida seguidamente al conjunto de las etapas descritas con anterioridad en relación con la figura 3, es decir, en particular, una etapa de homogeneización y una etapa de microfiltración tangencial sobre 0,8 μm , hasta la obtención de la leche esterilizada parcialmente desnatada (preferentemente semidesnatada) que puede ser sometida a un tratamiento térmico final cuya intensidad dependerá de la duración de la conservación de la leche buscada. Por ejemplo, para una leche que deba conservarse más de 3 meses a temperatura ambiente, podría ser aplicado un tratamiento térmico de

20 inactivación enzimática (por ejemplo, 96 °C durante 6 segundos).

25 La figura 5 representa un esquema de un procedimiento de tratamiento de una leche entera cruda o pasteurizada, destinada a la obtención de una leche parcialmente desnatada (preferentemente semidesnatada) esterilizada, que será estandarizada igualmente en proteínas en el caso de que la leche de partida no fuera suficiente rica en proteínas.

30 El procedimiento de tratamiento correspondiente, por tanto, es similar al descrito con anterioridad en relación con la figura 3. Se distingue por una etapa complementaria de estandarización en proteínas, realizada en paralelo a la etapa de estandarización en materias grasas.

Esta etapa de estandarización en proteínas consiste:

- en aislar una parte de la leche desnatada, cruda o pasteurizada, de forma que se la someta a una microfiltración sobre una membrana que tenga un límite de corte de 0,1 μm o una ultrafiltración a 20 kD,

35 - en recuperar la materia retenida procedente de la etapa anterior de filtración (el permeado puede ser utilizado, por ejemplo, después de ser secado, en la alimentación animal),

40 - en introducir en la leche de dicha materia retenida (antes o después de la estandarización en materia grasa), de forma que se obtenga la concentración de proteínas deseada (por ejemplo, una concentración de proteínas de 36 g/kg de leche, para tener en cuenta las pérdidas y el rendimiento del procedimiento).

45 Se obtiene así al final una leche esterilizada semidesnatada, cuya concentración de materia grasa es de 15 g/kg y cuya concentración de proteínas es de 32 g/kg. Esta leche purificada, denominada "semidesnatada", puede ser sometida todavía a un tratamiento térmico final cuya intensidad dependerá de la duración de la conservación de la leche buscada.

50 La figura 6 es un esquema de un procedimiento de tratamiento de una leche entera cruda o pasteurizada para la obtención de una leche parcialmente desnatada (preferentemente semidesnatada) parcialmente purificada.

55 Este procedimiento es en sí mismo similar al descrito con anterioridad en relación con la figura 4, y se distingue únicamente por una etapa de microfiltración tangencial en la que la materia utilizada comprende un límite de corte de 1,4 μm (en sustitución de una membrana cuyo límite de corte es de 0,8 μm en relación con la figura 4). Esta membrana de 1,4 μm permite una purificación parcial del permeado (purificación superior a 99,9%, como se indica en el artículo de Saboya y Maubais, 2000).

60 La realización de este procedimiento permite la obtención de una leche denominada "semidesnatada", cuya concentración en materia grasa es de 15 g/kg. Esta leche "semidesnatada" puede ser sometida a un tratamiento térmico final apropiado cuya intensidad dependerá de la duración de la conservación de la leche buscada. Por ejemplo, para una leche se deba conservar 1 mes a 4 °C, podría ser aplicado un tratamiento térmico de tipo pasteurización (por ejemplo, 72 °C durante 15 segundos).

65 La figura 7 ilustra las principales etapas de un procedimiento de obtención de una leche denominada entera parcialmente purificada, partiendo de una leche entera cruda o pasteurizada.

Este procedimiento es similar al descrito anteriormente en relación con la figura 6, y se distingue únicamente por una etapa de estandarización de la leche destinada a obtener una concentración en materia grasa de 38 g/kg (en lugar de un contenido en materia grasa de 18 g/kg en relación con la figura 6).

5 A continuación de las etapas de homogeneización y de microfiltración tangencial sobre una membrana cuyo límite de corte es de 1,4 μm , se obtiene así una leche denominada entera cuya concentración en materia grasa es de 36 g/kg (la concentración en proteínas es de 32 g/kg).

10 La figura 8 corresponde a un esquema de un procedimiento de obtención de una leche entera parcialmente purificada.

15 Este procedimiento según la figura 8 se distingue del descrito anteriormente en relación con la figura 7, únicamente por la ausencia de la etapa previa de filtración para la eliminación de las células somáticas por microfiltración sobre membrana cuyo límite de corte es de aproximadamente 12 μm .

La figura 9 corresponde a un esquema de un procedimiento de tratamiento de la nata procedente de leche de mamífero.

20 Se realizan preferentemente las siguientes etapas:

- previamente a la etapa de homogeneización (a), dicha nata que va a ser tratada es enriquecida en proteínas lácteas obtenidas mediante ultrafiltración 20 kD o microfiltración sobre 0,1 μm , de forma que se obtiene una relación de proteínas/ materia grasa comprendida entre 0,3 y 1 y, preferentemente, según una relación de aproximadamente 0,8 (la adición de proteínas lácteas totales en forma de polvo enriquecería la leche en lactosa, lo que no es deseable; es preferible la utilización de una materia retenida de proteínas lácteas),

30 - la etapa de homogeneización (a) se realiza sobre dicha nata enriquecida en proteínas lácteas, con la ventaja de disminuir las cantidades de producto que van a ser homogeneizadas en un factor de aproximadamente 3 a 4 para una leche "semidesnatada" y de aproximadamente 1,5 a 2 para una leche "entera" (ganancia de tiempo y de energía para las aplicaciones industriales y una menor destrucción de bacterias y células somáticas en el transcurso de la homogeneización),

35 - previamente a la etapa de microfiltración tangencial (b), dicha nata enriquecida en proteínas lácteas es homogeneizada y diluida con leche desnatada para obtener concentraciones en materia grasa y en proteínas deseadas (dilución en un factor de aproximadamente 3 a 4 para una leche "semidesnatada" y aproximadamente 1,5 a 2 para una leche "entera"),

40 - la etapa de microfiltración tangencial (b) es aplicada a dicha nata diluida en la leche desnatada, para realizar la purificación microbiana.

El permeado procedente de la etapa de microfiltración puede ser sometido a un tratamiento térmico final apropiado cuya intensidad dependerá de la duración de la conservación de la leche buscada.

45 La figura 10 corresponde a un esquema de un procedimiento de tratamiento y de fabricación de una leche infantil o una leche de crecimiento, procedente de leche de mamífero.

Se realizan ventajosamente las etapas siguientes:

50 - se aporta leche entera, cruda o pasteurizada,

- este medio es desnatado, de forma que se separe leche desnatada (cruda o pasteurizada) y nata,

55 - por una parte, las materias grasas anhidras (eventualmente calentadas a una temperatura superior al punto de fusión de las materias grasas para hacerlas líquidas), en las que se introducen eventualmente lecina y/o vitaminas liposolubles y, por otra parte, se introducen en la leche desnatada ingredientes complementarios (proteínas, lactosa, minerales, etc.), ,

60 - este producto estandarizado es objeto de una operación de emulsión destinada a dispersar las materias grasas en forma de gotitas,

- seguidamente es aplicada una etapa de homogeneización a este producto estandarizado en materia grasa y en proteínas, comprendiendo esta etapa dos operaciones de homogeneización sucesivas según la invención,

65 - eventualmente, después de una nueva introducción de ingredientes complementarios (proteínas, lactosa, minerales, etc.), el producto estandarizado homogeneizado es objeto seguidamente de una etapa de microfiltración tangencial sobre membrana, lo que permite la purificación bacteriana del permeado, de forma que se recupere, por

una parte, un permeado que constituye el producto esterilizado (sin microorganismos) o con un contenido al menos reducido de bacterias y, por otra parte, una materia retenida enriquecida en proteínas, en materia grasa y en bacterias,

- 5 - este producto purificado microbiológicamente puede ser sometido a un tratamiento térmico final cuya intensidad dependerá de la duración de la conservación de la leche buscada, en paralelo, la materia retenida puede ser sometida igualmente a un tratamiento térmico para su aprovechamiento.

- 10 De forma general, la invención permite limitar la intensidad de los tratamientos térmicos aplicados a los medios alimenticios y/o biológicos de interés, que contienen materia grasa, y conservar así sus cualidades bioquímicas, organolépticas y nutritivas originales.

- 15 El procedimiento según la invención es más interesante a nivel industrial para la leche de mamíferos: se realizaron ensayos de microfiltración en duraciones prolongadas (superiores a 7 horas) sin problemas de taponamiento de las membranas. Además, el solicitante ha comprobado que el medio así tratado y pasteurizado puede ser conservado hasta 6 meses a 20 °C, sin detectar ninguna desestabilización física del producto (precipitación de las proteínas que cambian de aspecto) ni contaminación microbiana.

- 20 El procedimiento de tratamiento además, es más simplificado con respecto a los procedimientos de obtención de las leches microfiltradas actualmente comercializadas: la invención permite, por una parte, eliminar la etapa de tratamiento térmico de la nata, en circuito paralelo de la leche desnatada que solo es microfiltrada y, por otra parte, eliminar los riesgos de una nueva contaminación durante la mezcla de la nata tratada térmicamente y la leche desnatada purificada.

- 25 Además, este procedimiento permite la utilización de líneas de fabricación existentes en la industria lechera (desnatadora, homogeneizador, pasteurizador/esterilizador, envasador aséptico). Este procedimiento permite incluso la utilización de membranas minerales con resistencia mecánica elevada (por ejemplo, de cerámica) en comparación con las membranas orgánicas utilizadas en los procedimientos de microfiltración dinámica.

- 30 La leche purificada microbiológicamente según la invención puede ser aprovechada según numerosas vías: leche de consumo, fórmulas de leches infantiles/ de crecimiento, polvos ultrapropios de leche enriquecida en materia grasa (polvos "calóricos ultrabajos" que son actualmente fabricados sin materia grasa), queso de fermentación ácida (yogures, quesos blancos o quesos de cabra).

- 35 A propósito de las características organolépticas y nutricionales, la leche obtenida según la invención no presenta el gusto de "cocción" asociado al tratamiento térmico de tipo UHT, las proteínas están lo menos desnaturalizadas posibles, lo que no disminuye su digestibilidad y las vitaminas liposolubles se conservan.

40 Ejemplos

EJEMPLO 1: Efecto de la presión durante la realización de dos operaciones de homogeneización sucesivas, sobre diámetros de gotitas lípidas de una leche entera y de una leche semidesnatada

45 Material de partida

Leches de vaca de gran mezcla, que son estandarizadas para hacer una leche entera (36 a 40 g/kg) y una leche semidesnatada (18 a 20 g/kg).

50 Condiciones experimentales

Homogeneizador empleado: Rannie Lab 12/51 H (APV, Evreux, Francia)

Ajustes: presiones entre 200 y 1.000 bares; temperatura de entrada = 45 ± 1 °C ; Caudal = 100 a 120 l/h

- 55 Determinación de los parámetros granulométricos de las gotitas lípidas: Mastersizer 2000 (Malvern, UK)

Resultados

- 60 Los resultados se presentan en las figuras 11 a 13, con el porcentaje de partículas superior a 0,3 µm, 0,5 µm y 0,8 µm, respectivamente, en función de la presión y del número de homogeneización.

En el caso de dos homogeneizaciones sucesivas a una presión de 800 bares, se obtienen en particular los parámetros granulométricos siguientes de gotitas lípidas: modo 0,13-0,14 µm; $d_{32} = 0,12$ µm; $d_{43} = 0,15$ µm.

- 65 En el caso de dos homogeneizaciones sucesivas a una presión de 600 bares, se obtienen en particular los

parámetros granulométricos siguientes de las gotitas lípidas: modo = 0,14 μm ; d_{32} = 0,12 μm ; d_{43} = 0,16 μm .

En el caso de dos homogeneizaciones sucesivas a una presión de 400 bares, se obtienen en particular los parámetros granulométricos siguientes de las gotitas lípidas: modo = 0,15 μm d_{32} = 0,13 μm ; d_{43} = 0,2 μm .

5

Conclusión:

Cualquiera que sea el contenido de materia grasa en la leche inicial (leche entera o leche parcialmente desnatada), los resultados muestran que dos homogeneizaciones sucesivas a una presión de 800 bares, permiten obtener un medio homogeneizado potencialmente adaptado a una etapa siguiente de microfiltración sobre una membrana de 0,8 μm .

10

Igualmente, dos homogeneizaciones sucesivas a una presión de 400 o 600 bares, permiten obtener un medio homogeneizado potencialmente adaptado a una etapa siguiente de microfiltración sobre una membrana de 1,4 μm .

15

EJEMPLO 2: Microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 μm

Material de partida

20

Leche de vaca de gran mezcla estandarizada en materia grasa y homogeneizada 2 veces.

Membranas de microfiltración

25

Se utilizaron membranas minerales (PALL EXEKIA, Tarbes, Francia; 19 canales de 4 mm de diámetro; 1P19-40) con un límite de corte de 0,8 μm y una doble capa de alúmina (Sterilox).

La microfiltración tangencial se realizó a una presión transmembranaria uniforme (UTP), sobre membranas de longitudes diferentes: 0,85 m y 1,02 m, correspondientes a una superficie de 0,2 m² y 0,24 m², respectivamente.

30

Los resultados presentados a continuación se obtuvieron con una membrana de 1,02 m de longitud (0,24 m² de superficie).

Parámetros de microfiltración

35

La velocidad de barrido escogida es de 7 m/s.

La presión de alimentación utilizada varió de 1,7 a 2 bares.

La temperatura del conducto de la microfiltración es de 56 ± 1 °C.

40

El factor de concentración en volumen (FCV) se fijó en 10.

El caudal de permeación se fijó a 200 l/h/m².

45

La microfiltración se realizó sobre un periodo prolongado, es decir, 8 h 30 minutos.

Se presentan a continuación los resultados de dos microfiltraciones sobre una membrana de 0,8 μm , realizadas sobre un periodo prolongado con dos presiones de homogeneización de la leche, a saber, 370 + 40 bares (ejemplo 2.1) o 800 + 80 bares (ejemplo 2.2).

50

EJEMPLO 2.1: Microfiltración de una leche cruda estandarizada en materia grasa, homogeneizada dos veces sucesivas a 370 + 40 bares

Material de partida

55

Leche de vaca de gran mezcla estandarizada en materia grasa a 20,75 g/kg mediante adición de leche desnatada en leche entera, seguidamente homogeneizada dos veces a 370 + 40 bares (T de entrada = 50 °C).

Evolución de la presión transmembranaria

60

La figura 14 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo.

La presión transmembranaria se aumentó de 0,40 a 0,61 bares en 8 h 30. Esta evolución de la presión transmembranaria no condujo al taponamiento de la membrana. El caudal, fijado a 200 l/h/m², no evolucionó a lo largo del tiempo.

65

En estas condiciones se utilizaron 460 litros de leche homogeneizada. Se obtuvieron 408 litros de leche purificada.

Contenido bacteriano

5 El contenido bacteriano se precisa en la tabla 1 siguiente.

Tabla 1: flora total y coliformes

| Muestras | Coliformes totales UFC / ml | Flora total* UFC/ ml |
|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------|
| Leche estandarizada | 4.10 ² | 5,5 10 ⁴ |
| Microfiltrado 0,8 µm a t = 7 h | < 1 | < 1 |

* Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

10 Composición bioquímica de la leche

La composición bioquímica de la leche, en los diferentes estados del procedimiento de tratamiento, se detalla en la tabla 2 siguiente.

15 Tabla 2: Composición bioquímica de la leche en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|----------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche estandarizada | 6,78 | 20,75 | 110,6 | 33,54 | 7,6 | 1,72 |
| Leche homogeneizada 2 | 6,65 | ND | 111,01 | 33,43 | 7,57 | 1,76 |
| Microfiltrado 1 h | ND | 15,5 | 101,33 | 30,62 | 7,63 | 1,78 |
| Microfiltrado 3 h | 6,68 | 15 | 100,92 | 30,23 | 7,62 | 1,80 |
| Microfiltrado 5 h | ND | 14,75 | 100,7 | 30,1 | 7,75 | 1,82 |
| Microfiltrado 7 h | 6,64 | 15,25 | 102,76 | 30,8 | 7,69 | 1,81 |
| Microfiltrado 8 h | ND | 15,25 | ND | ND | ND | ND |
| Microfiltrado medio 8 h | ND | 15,5 | 102,24 | 30,46 | 7,89 | 1,83 |
| Materia retenida 1 h | ND | 57,3 | 164,25 | 52,27 | ND | ND |
| Materia retenida 3 h | 6,68 | 57 | 164,97 | 51,91 | ND | ND |
| Materia retenida 5 h | ND | 57 | 165,98 | 52,65 | ND | ND |
| Materia retenida 7 h | 6,64 | 59,3 | 165,7 | 52,06 | ND | ND |
| Materia retenida media 6 h | ND | 61,75 | 169,23 | 53,71 | 7,75 | 1,72 |

ND = no determinado

Leyenda: leche estandarizada = leche antes del tratamiento, estandarizada en materia grasa; leche homogeneizada 2 = leche después de las dos homogeneizaciones sucesivas y antes de la etapa de microfiltración tangencial; microfiltrado y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre membrana de 0,8 µm, a diferentes tiempos (expresados en horas).

*Abreviaturas: MG = materia grasa; EST = Extracto Seco Total; MAT = Materia Nitrogenada Total; NCN = Nitrógeno No caseínico; NPN = Nitrógeno No proteico

25 Los resultados muestran:

(i) una ausencia de evolución de las proporciones de NCN (nitrógeno no caseínico) y NPN (nitrógeno no proteico), lo que indica que no ha habido desnaturalización de las proteínas solubles ni hidrólisis de las proteínas totales en el transcurso del conjunto del procedimiento;

30 (ii) una proporción de paso de la materia grasa de 74,7%, es decir (15,5/20,75) x 100;

(iii) una proporción de paso de materia nitrogenada total de 90,82%, es decir (30,46/33,54) x 100.

35 Distribución de los tamaños de gotitas lípidas

La figura 15 representa la distribución de tamaños de gotitas lípidas en diferentes fases del procedimiento de tratamiento.

Los valores correspondientes se detallan adicionalmente en la tabla 3 siguiente.

Tabla 3: Parámetros granulométricos extraídos de las distribuciones de tamaños de gotitas lípidas

| Muestras | Parámetros granulométricos | | | | | |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|----------------------|--------------|--------------|--------------|
| | Modo (μm) | d ₃₂ (μm) | d ₄₃ (μm) | > 0,3 μm (%) | > 0,5 μm (%) | > 0,8 μm (%) |
| Leche estandarizada | 4,18 | 0,95 | 4,02 | 92,7 | 91,9 | 89,9 |
| Leche homogeneizada 1 | 0,15 | 0,14 | 0,23 | 21,9 | 8,9 | 1,9 |
| Leche homogeneizada 2 | 0,15 | 0,13 | 0,20 | 15,9 | 4,8 | 0,3 |
| Microfiltrado medio 8 h | 0,13 | 0,11 | 0,15 | 4,8 | 1,1 | 0,1 |
| Materia retenida media 6 h | 0,25 | 0,18 | 0,27 | 35,3 | 11,6 | 0,6 |

5 Leche estandarizada = leche antes del tratamiento, estandarizada en materia grasa; leche homogeneizada 1 y 2 = leche antes de ser sometida respectivamente a una o dos homogeneizaciones sucesivas, antes de la etapa de microfiltración tangencial; microfiltrado y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre membrana de 0,8 μm, durante, respectivamente, 8 h y 6 h.

10 Conclusiones

(i) La microfiltración sobre membrana de 0,8 μm permite retener la materia retenida las bacterias de la leche homogeneizada; la leche está perfectamente purificada.

15 (ii) Las diferentes etapas del procedimiento conservaron la calidad de las proteínas: no hubo desnaturalización de las proteínas solubles.

(iii) Los parámetros del procedimiento permitieron la obtención de una leche purificada con un contenido de materia grasa de 15 g/kg, lo que corresponde a una leche de consumo denominada semidesnatada.

20 (iv) Los ensayos de microfiltración realizados con una membrana de 0,8 μm, durante un periodo prolongado (tiempo >7 horas), no condujeron a un taponamiento de la membrana.

25 Estos resultados demuestran que es posible microfiltrar una leche que contiene materia grasa dispersada en forma de gotitas.

EJEMPLO 2.2: Microfiltración de una leche cruda estandarizada en materia grasa y en proteínas previamente homogeneizada dos veces sucesivas a 800 + 80 bares

30 Material de partida

35 Leche de vaca de gran mezcla estandarizada en materia grasa a 17,5 g/kg mediante adición de nata a la leche desnatada, y estandarizada a 36 g/kg de proteínas mediante adición de materia retenida de microfiltración de leche obtenida sobre 0,1 μm. Esta leche estandarizada fue homogeneizada dos veces a 800 + 80 bares (T de entrada = 45 °C).

Evolución de la presión transmembranaria

40 La figura 16 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo.

La microfiltración se realizó durante un periodo prolongado, aproximadamente horas (410 minutos). La presión transmembranaria se aumentó de 0,44 a 0,60 bares y no condujo al taponamiento de la membrana. Aún así, el caudal fijado a 200 l/h/m² no evolucionó en el transcurso del tiempo.

45 Para la microfiltración, se trabajó con 364 litros de leche. Se obtuvieron 328 litros de leche purificada.

Contenido bacteriano y células somáticas

50 El contenido bacteriano se precisa en la tabla 4 siguiente.

Tabla 4: flora total y coliformes

| Muestras | Coliformes UFC/ml | Flora total UFC/ml |
|-------------------------|-------------------|---------------------|
| Leche estandarizada | < 10 | 6,3 10 ³ |
| Materia retenida 0,8 μm | < 10 | 1,4 10 ⁴ |
| Microfiltrado 0,8 μm | < 1 | < 1 |

Por otra parte, los valores de las proporciones de células somáticas se detallan en la tabla 5 siguiente.

5 Tabla 5: Células somáticas

| Muestras | Cantidad de células somáticas/ml |
|-------------------------|----------------------------------|
| Leche estandarizada | 152.10 ³ |
| Materia retenida 0,8 μm | 1.10 ³ (*) |
| Microfiltrado 0,8 μm | 1.10 ³ (*) |

(*) Ruido de fondo del aparato de medición

Composición bioquímica de la leche

10 La composición bioquímica de la leche, en las diferentes fases del procedimiento de tratamiento, se detalla en la tabla 6 siguiente.

Tabla 6: Composición bioquímica de la leche en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|-------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche estandarizada | 6,76 | 17,5 | 110,9 | 37,7 | 7,96 | 1,85 |
| Microfiltrado 0,8 μm | 6,73 | 15,25 | 105,1 | 34,8 | 7,43 | 1,92 |
| Materia retenida 0,8 μm | 6,74 | 36,5 | 155,8 | 61,3 | 7,76 | 1,83 |

15 Leyenda: Leche estandarizada = leche antes del tratamiento, estandarizada en materia grasa y proteínas; Microfiltrado y materia retenida = productos recuperados al final de la etapa de microfiltración tangencial sobre membrana de 0,8 μm en 7 horas.

* Abreviaturas: MG = Materia Grasa; EST = Extracto Seco Total; MAT = Materia Nitrogenada Total; NCN = Nitrógeno No Caseínico; NPN = Nitrógeno No Proteico.

20 Los resultados muestran:

(i) una pérdida de NCN de 7%.

(ii) una proporción de paso de la materia grasa a través de la membrana de: $(15,25/17,5) \times 100 = 87,14\%$.

25

(iii) una proporción de la materia nitrogenada total a través de la membrana de: $(38,4/37,7) \times 100 = 92,31\%$.

30 La microfiltración sobre membrana de 0,8 μm condujo a una ligera retención de materia nitrogenada total (MAT) y de materia grasa (MG). No obstante, la composición del microfiltrado en MAT y en MG es conforme al objetivo de preparación de una leche de consumo denominada "semidesnatada".

Distribución de tamaños de las gotitas lípidas

35 La figura 17 representa la distribución de los tamaños de las gotitas lípidas en diferentes fases del procedimiento de tratamiento. Los valores correspondientes se detallan adicionalmente en la tabla 7 siguiente.

Tabla 7: Parámetros granulométricos extraídos de las distribuciones de tamaños de las gotitas

| Muestras | Parámetros granulométricos | | | | | |
|-----------------------|----------------------------|----------------------|----------------------|--------------|--------------|--------------|
| | Modo (μm) | d ₃₂ (μm) | d ₄₃ (μm) | > 0,3 μm (%) | > 0,5 μm (%) | > 0,8 μm (%) |
| Leche estandarizada | 4,01 | 0,96 | 3,83 | 92,9 | 91,2 | 89,0 |
| Leche homogeneizada 1 | 0,13 | 0,12 | 0,17 | 9,9 | 3,9 | 0,7 |
| Leche homogeneizada 2 | 0,12 | 0,11 | 0,14 | 3,7 | 1,6 | 0,2 |

| | | | | | | |
|----------------------------|------|------|------|------|-----|-----|
| Microfiltrado de 0,8 µm | 0,14 | 0,11 | 0,14 | 0,1 | 0,0 | 0,0 |
| Materia retenida de 0,8 µm | 0,15 | 0,13 | 0,18 | 13,6 | 3,5 | 0,2 |

Leche estandarizada = leche antes del tratamiento, estandarizada en materia grasa y en proteínas; leche homogeneizada 1 y 2 = leche antes de ser sometida respectivamente a una o dos homogeneizaciones sucesivas, antes de la etapa de microfiltración tangencial; microfiltrado y materia retenida = productos recuperados a lo largo de la etapa de microfiltración tangencial sobre membrana de 0,8 µm en 7 h.

5

Conclusiones

(i) La microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 µm retiene cerca de un 100% de la flora total presente en la leche homogeneizada dos veces a 800 + 80 bares. La leche estaba perfectamente purificada.

10

(ii) Las células somáticas se destruyen mediante la homogeneización. En consecuencia, no se recuentan en el retenido ni en el permeado.

15

(iii) Los parámetros del procedimiento permitieron alcanzar los objetivos en términos de concentraciones de materia grasa y en proteínas, que corresponden a una leche de consumo denominada "semidesnatada".

(iv) El procedimiento condujo a una disminución de NCN de 7% que podría corresponder a una ligera desnaturalización de las proteínas solubles.

20

(iv) Desde un punto de vista tecnológico, esta presión de homogeneización de 800 + 80 bares permite aumentar significativamente el paso de materia grasa a través de la membrana de 0,8 µm (87,14% contra 74,7% para una presión de homogeneización de 370 + 40 bares).

25

(iv) Los ensayos de microfiltración realizados con una membrana de 0,8 µm, según los parámetros definidos, se realizaron sobre un periodo prolongado (tiempo >7 horas) sin taponamiento de la membrana. Estos resultados confirman que es posible microfiltrar tangencialmente una leche que contiene materia grasa.

EJEMPLO 3: Tratamiento térmico de las leches microfiltradas y ensayos de conservación prolongada

30 EJEMPLO 3.1: Microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 µm de una leche estandarizada, seguida de tratamiento térmico

Materia prima

35 Utilización i) de leche desnatada (procedente de leche entera pasteurizada en fábrica: 74 °C, 10 segundos) y ii) de nata, adquiridas de una lechería local.

La leche fue estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y a 36 g/kg de proteínas (suministro de un concentrado (x3) de caseínas obtenido mediante microfiltración sobre membrana de 0,1 µm).

40

Procedimiento: homogeneización y microfiltración

La leche se homogenizó dos veces a 800 + 80 bares (T de entrada = 45 °C).

45 Para la microfiltración, se utilizó una membrana mineral (PALL EXEKIA, Tarbes, Francia; 19 canales de 4 mm de diámetro, 1P19-40), con un límite de corte de 0,8 µm y una doble capa de alúmina (Sterilox) .

La microfiltración se realizó a una presión transmembranaria uniforme (UTP), sobre una membrana de 0,2 m de longitud, correspondiente a una superficie de 0,24 m².

50

La velocidad de barrido escogida para los ensayos fue de 7 m/s. La presión de alimentación utilizada varió de 1,7 a 2 bares. La temperatura de realización de la microfiltración de 56 ± 1°C. El factor de concentración en volumen (FCV) se fijó a 10. El caudal de permeación se fijó a 200 l/h/m².

Tratamiento térmico de la leche

El microfiltrado se envió en un recipiente esterilizado y seguidamente se introdujo en el dispositivo de tratamiento térmico (UHT, HTST Lab-Electric, modelo 25DH ; Microthermics, Estados Unidos).

60 Se aplicaron dos tratamientos térmicos diferentes a las leches:

(1) 96 ± 0,5°C durante 6 segundos,

(2) $140 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 3 a 4 segundos, para comparar con las leches UHT del comercio.

Conservación de las leches

5 Las leches homogeneizadas y microfiltradas se envasaron en condiciones estériles y se almacenaron a 2 temperaturas diferentes, 20°C y 30°C . En efecto, las leches de consumo UHT del comercio se conservan a temperatura ambiente (20°C). La incubación de las leches se realizó a 30°C para asegurar la calidad microbiológica de las leches homogeneizadas y purificadas: esta temperatura de 30°C permite acelerar los mecanismos de degradación de las leches, como la hidrólisis de las proteínas, y favorece el desarrollo bacteriano.

Seguimiento de la evolución de las leches en el transcurso del tiempo

15 La evolución bioquímica de las leches se caracteriza a lo largo del tiempo mediante la cuantificación de la degradación enzimática de las caseínas de la leche. Por tanto, se realizaron mediciones del nitrógeno no caseínico (NCN) y no proteico (NPN) en el transcurso del tiempo. El NCN y el NPN son indicadores de la degradación de las proteínas de la leche. Se realizaron igualmente análisis microbiológicos y ensayos de estabilidad (ensayo de Ramsdell ; Ramsdell et al., 1931).

20 Resultados

(i) Desarrollo bacteriano

25 No se observó desarrollo bacteriano alguno en el transcurso de 180 días de almacenamiento a 20°C o a 30°C de las leches tratadas térmicamente (Flora total = 0 bacteria en 10 ml).

ii) Evolución de las concentraciones de NPN y de NCN

30 Las figuras 18 y 19 ilustran los resultados correspondientes a la evolución de las concentraciones de NPN y de NCN (g/kg) de las leches conservadas, respectivamente, a 20°C y 30°C , en el transcurso del tiempo (días).

35 Las figuras 20 y 21 están destinadas a comparar la evolución de la concentración de NCN y NPN (g/kg), respectivamente, en el transcurso del tiempo (días) entre las leches experimentales y leches industriales UHT (tratamiento UHT: 140°C , 3 a 4 segundos, $n = 4$). La figura 20 muestra igualmente que el procedimiento utilizado, ha saber, la sucesión de 2 homogeneizaciones seguidas de una microfiltración sobre membrana con un límite de corte de $0,8 \mu\text{m}$, no altera el NCN con respecto a la leche cruda de partida (puntos a $t = 0$). Por el contrario, los tratamientos térmicos aplicados después de la microfiltración disminuyen el NCN, lo que corresponde a una desnaturalización de las proteínas solubles.

40 En el transcurso de los 180 días de almacenamiento a 20°C de las leches tratadas térmicamente, no hubo una evolución significativa de las concentraciones de NCN y de NPN. Este periodo de 180 días es el doble de la fecha límite de consumo para las leches UHT actualmente comercializadas.

45 Después de una conservación de 1 mes a 30°C (temperatura utilizada para ensayar la esterilidad de la leche en estado acelerado), la leche microfiltrada no tratada térmicamente evoluciona de 6,96 a 13,94 g/kg de NCN (+6,88 g/kg), esta evolución puede ser debida a la acción de las enzimas presentes en la leche. La misma leche tratada térmicamente (96°C , 6 segundos) evoluciona de 4,24 a 4,73 g/kg de NCN (+0,85 g/kg; figura 19).

50 Con el objetivo de conservar más de 3 meses a temperatura ambiente (20°C) la leche homogeneizada y filtrada sobre una membrana de $0,8 \mu\text{m}$, un tratamiento térmico es interesante para evitar las evoluciones bioquímicas. Este tratamiento térmico debe ser suficiente para inactivar las enzimas susceptibles de alterar la calidad de la leche (proteólisis, liposilis, desestabilización física, malos sabores, etc.).

55 iii) Resultados del ensayo de Ramsdell

Los resultados obtenidos mediante la realización del ensayo de Ramsdell se detallan en la figura 22 y en la tabla 8 siguiente.

Tabla 8: resultados del ensayo de Ramsdell

| Los valores corresponden a un volumen, expresado en ml de KH_2PO_4 0,5 M | | |
|--|---|--------------------|
| Tiempo (días) | Temperatura de conservación de las leches | |
| | 20°C | 30°C |
| | | |

| | Tratamiento térmico de las leches | | Tratamiento térmico de las leches | |
|-----|-----------------------------------|------------|-----------------------------------|------------|
| | 96°C, 6 s | 140°C, 4 s | 96°C, 6 s | 140°C, 4 s |
| 2 | 1,7 | 1,8 | ND | ND |
| 6 | 1,7 | 1,8 | 1,7 | 1,8 |
| 15 | 2,1 | 2,1 | 2,1 | 2,1 |
| 90 | 1,7 | 1,7 | 1,8 | 1,7 |
| 120 | 1,3* | 1,8 | 0* | 2,3 |

(*) Disminución significativa de la estabilidad de la leche; ND = No determinado

Conclusiones

5 i) Las leches homogeneizadas, microfiltradas y seguidamente tratadas térmicamente se conservaron durante 6 meses a 20 °C sin desarrollo bacteriano alguno, lo que demuestra su esterilidad. La operación de microfiltración esteriliza la leche, lo que permite seguidamente disminuir la intensidad de los tratamientos térmicos con respecto a los tratamientos UHT realizados actualmente a nivel industrial sobre leches no microfiltradas. Particularmente, se ha
10 mostrado que un tratamiento térmico de 96 °C durante 6 segundos permite obtener una leche de larga conservación a 20 °C. En comparación, las leches comerciales que son tratadas térmicamente a 140 °C durante 4 segundos tienen una fecha límite de consumo (DLC) de 3 meses.

15 ii) La leche experimental microfiltrada tratada térmicamente 140 °C durante 4 segundos tiene un contenido de NCN superior a las leches industriales UHT (n = 4). Esto muestra que hay menos desnaturalización de las proteínas solubles en la leche experimental microfiltrada. El NCN de la leche experimental tratada a 96 °C durante 6 segundos es más elevada que el de las leches industriales (n = 4).

20 La evolución en el transcurso del tiempo del NCN de las leches tratadas a 96 °C durante 6 segundos es similar a la de las leches tratadas térmicamente a 140 °C durante 4 segundos.

25 iii) No se observó significativa alguna de NPN entre las leches tratadas térmicamente a 140 °C durante 4 segundos, las leches industriales UHT y la leche experimental tratada a 96 °C durante 6 segundos.

iv) Con respecto a los resultados procedentes de ensayo de Rasmdell, la estabilidad de la leche experimental microfiltrada, tratada térmicamente a 96 °C durante 6 segundos, disminuye a los 120 días.

EJEMPLO 3.2: Microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm de una leche parcialmente desnatada, seguidamente tratada térmicamente y seguimiento de las leches en el transcurso de su conservación en frío

30 Material de partida

Leche de vaca de gran mezcla, estandarizada en materia grasa a 17,5 g/kg.

35 Después del desnatado de la leche entera en una desnatadora Elecrem a 50 °C, la nata fue añadida a la leche desnatada para realizar la estandarización a 17,5 g/kg de materia grasa.

Homogeneización

40 La leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa fue calentada a 45 °C y seguidamente homogeneizada dos veces sucesivas a 600 + 60 bares (homogeneizador Rannie Lab 12/51 H, ATS, Moissy Cramayel, Francia).

Parámetros de la microfiltración tangencial

45 Se utilizaron membranas minerales (PALL EXEKIA, Tarbes, Francia; 19 canales con 8 mm de diámetro, longitud 1,2 m; superficie de 0,24 m², 1P19-40), con una doble capa de alúmina (Sterilox) y un límite de corte de 1,4 µm.

La etapa de microfiltración tangencial se realizó a una presión transmembranaria uniforme (UTP).

50 Los parámetros de la microfiltración son los siguientes:

- La velocidad de barrido es de 7 m/s (es decir, un caudal de recirculación de 6 m³/h),

- La presión de alimentación es de 1,8 bares,

- La temperatura de realización de la microfiltración es de $57 \pm 1^\circ\text{C}$,

- El factor de concentración en volumen (FCV) se fija a $\text{FCV} = 10$,

5 - El caudal de permeación se fija a 290 l/h/m^2 (es decir, 70 l/h para una membrana de $0,24 \text{ m}^2$).

La microfiltración tangencial se realizó durante un periodo prolongado, es decir, aproximadamente 5 horas.

Tratamiento térmico y envasado

10 La leche estandarizada a $17,5 \text{ g/kg}$ de materia grasa, homogeneizada dos veces a $600 + 60$ bares y seguidamente microfiltrada a $1,4 \mu\text{m}$ fue:

(i) envasada sin tratamiento térmico en condiciones esterilizadas o

15 (ii) tratada térmicamente a 72°C durante 18 segundos (dispositivo de tratamiento térmico HTST Lab-Electric, modelo 25DH, Microthermics, Estados Unidos).

Las leches fueron envasadas en botellas esterilizadas.

20

Conservación de las leches

Las leches homogeneizadas, microfiltradas sobre $1,4 \mu\text{m}$ y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicamente a 72°C durante 18 segundos (pasteurización), fueron almacenadas en una cámara fría a $5 \pm 1^\circ\text{C}$. Sus evoluciones bioquímicas y microbiológicas fueron caracterizadas a lo largo del tiempo.

25

Seguimiento de la evolución de las leches en el transcurso del tiempo

La evolución bioquímica en el transcurso del tiempo de las leches fue caracterizada mediante la cuantificación de la degradación enzimática de las caseínas de la leche. Así, se realizaron mediciones del nitrógeno no caseínico (NCN) y no proteico (NPN) en el transcurso del tiempo. El NCN y el NPN son indicadores de degradación de las proteínas de la leche. Se realizaron igualmente análisis microbiológicos.

30

Resultados

35

i) Evolución de la presión transmembranaria en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial

La figura 23 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo.

40

La presión transmembranaria aumentó de $0,33$ a $0,345$ bares durante 5 horas de la microfiltración tangencial. Seguidamente, se agotó la alimentación de producto y se detuvo el experimento. Esta evolución no condujo al taponamiento de la membrana.

45

ii) Contenido bacteriano y células somáticas

Los contenidos bacterianos y los contenidos de células somáticas de los productos obtenidos en las diferentes fases del procedimiento de tratamiento se precisan en la tabla 9 siguiente.

Tabla 9: Coliformes, flora total y células somáticas

| Muestras | Coliformes (UFC/ml) | Flora total* (UFC/ml) | Células somáticas (por ml) |
|----------------------------------|---------------------|-----------------------|----------------------------|
| Leche entera | 113 | $1,1 \cdot 10^4$ | 221.000 |
| Leche estandarizada | 150 | $9,8 \cdot 10^3$ | 95.000 |
| Leche homogeneizada 1 | <10 | $3,7 \cdot 10^3$ | 87.000 |
| Leche homogeneizada 2 | <1 | $6,6 \cdot 10^2$ | 0 |
| Leche microfiltrada | <1 | <10 | 0 |
| Leche microfiltrada pasteurizada | <1 | <1 | 0 |
| Materia retenida | <1 | $3 \cdot 10^3$ | 0 |

50

* Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a $17,5 \text{ g/kg}$ de materia grasa; Leche homogeneizada 1 = leche estandarizada homogeneizada una vez a $600 + 60$ bares; Leche homogeneizada 2 = leche estandarizada homogeneizada dos veces sucesivas a $600 + 60$ bares; Leche microfiltrada y materia retenida = productos

recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm; Leche microfiltrada pasteurizada = leche microfiltrada tratada térmicamente a 72°C durante 18 segundos.

iii) Composición bioquímica de los productos

5 La composición de los productos obtenidos en las diferentes fases del procedimiento de tratamiento se detalla en la tabla 10 siguiente.

Tabla 10: Composición bioquímica de los productos en diferentes fases del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|----------------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche entera | 6,6 | ND | ND | 33,8 | 7,1 | 1,6 |
| Leche estandarizada | 6,76 | 17,5 | 107,39 | 34,2 | 7,1 | 1,7 |
| Leche homogeneizada 1 | ND | ND | ND | ND | ND | ND |
| Leche homogeneizada 2 | ND | ND | ND | ND | ND | ND |
| Leche microfiltrada | 6,64 | 17 | 105,18 | 33,0 | 6,9 | 1,7 |
| Leche microfiltrada pasteurizada | 6,66 | 17 | 105,18 | 33,0 | 6,7 | 1,7 |
| Materia retenida | 6,56 | 29 | 124,21 | 40,9 | 7,0 | 1,7 |

10 Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa; Leche homogeneizada 1 = leche estandarizada homogeneizada una vez a 600 + 60 bares; Leche homogeneizada 2 = leche estandarizada homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares; Leche microfiltrada y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm; Leche microfiltrada pasteurizada = leche microfiltrada tratada térmicamente a 72°C durante 18 segundos.

15 * Abreviaturas: MG = Materia Grasa; EST = Extracto Seco Total; MAT = Materia Nitrogenada Total; NCN = Nitrógeno No Caseínico; NPN = Nitrógeno No Proteico. ND = No Determinado.

iv) Tamaño de las gotitas lípidas

20 La figura 24 representa la distribución de los tamaños de las gotitas lípidas en diferentes fases del procedimiento de tratamiento.

Los valores correspondientes se detallan adicionalmente en la tabla 11 siguiente.

25 Tabla 11: Parámetros granulométricos extraídos de las distribuciones de tamaños de las gotitas lípidas

| | Parámetros granulométricos | | | | | |
|-----------------------|----------------------------|--------------------|--------------------|------------|------------|------------|
| | Modo µm | d ₃₂ µm | d ₄₃ µm | < 0,3 µm % | < 0,5 µm % | < 0,8 µm % |
| Leche estandarizada | 3,78 | 2,50 | 3,90 | 0,93 | 2,33 | 3,86 |
| Leche homogeneizada 1 | 0,14 | 0,13 | 0,21 | 82,35 | 92,48 | 98,46 |
| Leche homogeneizada 2 | 0,14 | 0,12 | 0,17 | 90,39 | 96,91 | 99,78 |
| Microfiltrado | 0,14 | 0,11 | 0,16 | 93,26 | 98,10 | 99,85 |
| Materia retenida | 0,19 | 0,17 | 0,44 | 69,26 | 87,69 | 95,78 |

Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa, antes del tratamiento; Leche homogeneizada 1 = leche homogeneizada 1 vez a 600 + 60 bares; Leche homogeneizada 2 = leche homogeneizada 2 veces sucesivas a 600 + 60 bares; Microfiltrado y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm.

30 v) Seguimiento de las leches en el transcurso del almacenamiento

v-1) Desarrollo bacteriano

35 Los contenidos bacterianos de las leches parcialmente desnatadas, microfiltradas sobre 1,4 µm y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos (pasteurización) fueron caracterizados cada 3 días en el transcurso de su conservación a 5 ± 1 °C.

40 Los resultados son los siguientes: no hubo evolución bacteriana en el transcurso de la conservación durante 84 días a 5 ± 1 °C de las leches (i) no tratadas térmicamente y (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos (pasteurización).

Los contenidos bacterianos permanecieron inferiores a 10 UFC/ml en las leches no tratadas térmicamente e inferiores a 1 UFC/ml en las leches pasteurizadas.

- 5 Esta duración de la conservación de las leches microfiltradas sobre 1,4 μm y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos (pasteurización) es bastante superior a la fecha límite de consumo fijada por la legislación para una leche pasteurizada.

v-2) Evolución de las concentraciones de NPN y de NCN

- 10 La figura 25 ilustra los resultados correspondientes a la evolución de las concentraciones de NPN y NCN (g/kg) de las leches conservadas en cámara fría a 5 ± 1 °C, en el transcurso del tiempo (días).

Conclusiones

- 15 (a) La microfiltración sobre 1,4 μm de la leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces sucesivamente a 600 + 60 bares se realizó durante un periodo de 5 horas, sin problema alguno de taponamiento.

- 20 (b) La microfiltración sobre 1,4 μm permitió la purificación bacteriana de la leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares. En la leche microfiltrada, el contenido bacteriano fue inferior a 10 UFC/ml. Después del tratamiento térmico, el contenido bacteriano era inferior a 1 UFC/ml.

- 25 (c) En el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de leche estandarizada a 17,5 g/kg y homogeneizada dos veces sucesivamente a 600 + 60 bares, el paso de materia grasa a través de la membrana era de 97,1% y el paso de la materia nitrogenada total era 96,5%. Los resultados muestran que no hubo evolución significativa de los porcentajes de paso de materia grasa y de materia nitrogenada total a través de la membrana en el transcurso de las 5 horas de realización de la microfiltración.

- 30 (d) En el transcurso del procedimiento de homogeneización y de microfiltración tangencial sobre 1,4 μm , se desnaturizó un 3,7% de las proteínas solubles de la leche. Después de la etapa de tratamiento térmico (72 °C durante 18 segundos), se desnaturizó un 7,4% de las proteínas solubles.

- 35 (e) Las leches microfiltradas sobre 1,4 μm y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos se conservaron a 5 ± 1 °C durante 84 días sin evolución alguna de su contenido bacteriano. Desde un punto de vista bioquímico, el NCN de los dos tipos de leches aumentó ligeramente en el transcurso del tiempo mientras que el NPN no aumentó de manera significativa. Este periodo de conservación de las leches es bastante superior a las leches pasteurizadas comercializadas actualmente, lo que demuestra el interés del procedimiento desarrollado.

- 40 EJEMPLO 3.3: Microfiltración tangencial sobre una membrana 1,4 μm de una leche entera, seguidamente tratada térmicamente y seguimiento de las leches en el transcurso de su conservación en frío

Material de partida

- 45 Leche de vaca cruda de gran mezcla estandarizada en materia grasa a 38 g/kg.

Después del desnatado de la leche entera en una desnatadora Elecrem a 50 °C, se añadió la nata a la leche desnatada para realizar la estandarización a 38 g/kg de materia grasa.

- 50 Partiendo de esta leche, las condiciones experimentales son casi idénticas a las descritas con anterioridad en el ejemplo 3.2 en relación a una leche parcialmente desnatada.

En particular, solo dos parámetros difieren:

- 55 - durante la etapa de microfiltración tangencial, el caudal de permeación se fijó a 250 l/h/m² (es decir 60 l/h para una membrana de 0,24 m²) y esta microfiltración tangencial se realizó durante un periodo prolongado, es decir, 7 horas; y

- 60 - el tratamiento térmico consiste en una temperatura de 72 °C durante 15 segundos (dispositivo de tratamiento térmico HTST Lab-Electric, model 25DH, Microthermics, Estados Unidos).

Resultados

i) Evolución de la presión transmembranaria en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial

- 65 La figura 26 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo.

La presión transmembranaria evolucionó de 0,27 a 0,40 bares durante las 7 horas de la microfiltración tangencial. Seguidamente, se agotó la alimentación de producto y la experiencia se detuvo. Esta evolución de la presión transmembranaria no condujo a un taponamiento de la membrana.

5 ii) Contenido bacteriano

Los contenidos bacterianos de los productos obtenidos en las diferentes fases del procedimiento de tratamiento se precisan en la tabla 12.

10 Tabla 12: Coliformes, termófilos y flora total

| Muestras | Coliformes (UFC/ml) | Termófilos (UFC/ml) | Flora Total* (UFC/ml) |
|----------------------------------|---------------------|---------------------|-----------------------|
| Leche entera | 45,8 | 16,8 | 11 10 ³ |
| Leche estandarizada | 40,8 | 19,1 | 9,8 10 ³ |
| Leche homogeneizada 1 | 1,7 | <1 | 8,2 10 ³ |
| Leche homogeneizada 2 | <1 | <1 | 3,7 10 ³ |
| Microfiltrado 1 h | <1 | <1 | <10 |
| Microfiltrado 2 h | <1 | <1 | <10 |
| Microfiltrado 4 h | <1 | <1 | <10 |
| Leche microfiltrada | <1 | <1 | <10 |
| Leche microfiltrada pasteurizada | <1 | <1 | <1 |
| Materia Retenida 1 h | <1 | <1 | 25 10 ³ |
| Materia Retenida 2 h | <1 | <1 | 23 10 ³ |
| Materia Retenida 4 h | <1 | <1 | 24 10 ³ |

* Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

15 Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa; Leche homogeneizada 1 = leche estandarizada homogeneizada una vez a 600 + 60 bares; Leche homogeneizada 2 = leche estandarizada homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares; Microfiltrado y materia Retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm en función del tiempo (en horas); Leche microfiltrada = Microfiltrado envasado estérilmente; Leche microfiltrada pasteurizada = leche microfiltrada tratada térmicamente a 72 °C durante 15 segundos y seguidamente envasada estérilmente.

20 iii) Composición bioquímica de los productos

La composición bioquímica de los productos obtenidos en las diferentes fases del procedimiento de tratamiento de detalla en la tabla 13 siguiente.

25 Tabla 13: Composición bioquímica de los productos en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|-----------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche entera | 6,74 | 45,5 | 128,49 | 33,54 | 7,51 | 1,62 |
| Leche estandarizada | 6,74 | 38 | 124,63 | 33,51 | 7,50 | 1,67 |
| Leche homogeneizada 1 | 6,60 | ND | ND | 33,51 | 6,98 | 1,44 |
| Leche homogeneizada 2 | 6,65 | 37,25 | ND | 33,51 | 6,87 | 1,47 |
| Microfiltrado 1 h | 6,64 | 34,5 | ND | 31,97 | ND | ND |
| Microfiltrado 2 h | 6,60 | 34,5 | ND | 32,24 | ND | ND |
| Microfiltrado 4 h | 6,69 | 34,75 | ND | 32,24 | ND | ND |
| Microfiltrado 6 h | ND | 33,75 | ND | 32,12 | ND | ND |
| Microfiltrado 7 h | ND | 34,50 | ND | 32,07 | ND | ND |
| Microfiltrado medio | 6,67 | 34,40 | ND | 32,25 | ND | ND |
| Materia retenida 1 h | 6,67 | 62 | ND | 43,39 | ND | ND |
| Materia Retenida 2 h | 6,66 | 64 | ND | 44,54 | ND | ND |

| | | | | | | |
|----------------------------------|------|-------|--------|-------|------|------|
| Materia Retenida 4 h | 6,66 | 67,5 | ND | 45,24 | ND | ND |
| Materia retenida 6 h | ND | 66,12 | ND | 45,96 | ND | ND |
| Materia Retenida 7 h | ND | 67,18 | ND | 45,89 | ND | ND |
| Materia Retenida Media | 6,58 | 65,36 | ND | 45,52 | ND | ND |
| Leche microfiltrada | 6,67 | 34,25 | 120,43 | 31,79 | 7,02 | 1,73 |
| Leche microfiltrada pasteurizada | 6,67 | 34,5 | 120,66 | 32,16 | 6,54 | 1,73 |

Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa; Leche homogeneizada 1 = leche estandarizada homogeneizada una vez a 600 + 60 bares; Leche homogeneizada 2 = leche estandarizada homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares; Microfiltrado y materia Retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm en el transcurso del tiempo (en horas); Leche microfiltrada = Microfiltrado envasado estérilmente; Leche microfiltrada pasteurizada = leche microfiltrada tratada térmicamente a 72 °C durante 15 segundos.

*Abreviaturas: MG = materia grasa; EST = Extracto Seco Total; MAT = Materia Nitrogenada Total; NCN = Nitrógeno No caseínico; NPN = Nitrógeno No proteico. ND = No Determinado.

10 iv) Tamaño de las gotitas lípidas

La figura 27 representa la distribución de los tamaños de las gotitas lípidas en diferentes fases del procedimiento de tratamiento.

15 Los valores correspondientes se detallan adicionalmente en la tabla 14 siguiente.

Tabla 14: Parámetros granulométricos extraídos de las distribuciones de tamaños de gotitas lípidas

| | Parámetros granulométricos | | | | | |
|-------------------------|----------------------------|--------------------|--------------------|------------|------------|------------|
| | Modo µm | d ₃₂ µm | d ₄₃ µm | < 0,3 µm % | < 0,5 µm % | < 0,8 µm % |
| Leche estandarizada | 3,81 | 3,51 | 4,18 | 0 | 0 | 0 |
| Leche homogeneizada 1 | 0,15 | 0,14 | 0,25 | 74,76 | 87,90 | 96,50 |
| Leche homogeneizada 2 | 0,15 | 0,13 | 0,19 | 85,24 | 94,9 | 99,53 |
| Microfiltrado 1,4 µm | 0,14 | 0,12 | 0,17 | 91,15 | 97,25 | 99,82 |
| Materia Retenida 1,4 µm | 0,18 | 0,16 | 0,26 | 68,94 | 86,97 | 98,23 |

Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa, antes del tratamiento; Leche homogeneizada 1 = leche homogeneizada 1 vez a 600 + 60 bares; Leche homogeneizada 2 = leche homogeneizada 2 veces a 600 + 60 bares; Microfiltrado y materia Retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm.

v) Seguimiento de las leches en el transcurso de su conservación

25 v-1) Desarrollo bacteriano

Los contenidos bacterianos de las leches estandarizadas a 38 g/kg de materia grasa, homogeneizadas dos veces a 600 + 60 bares, microfiltradas sobre 1,4 µm y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos (pasteurización) se caracterizaron cada 3 días en el transcurso de su conservación a 5 ± 1 °C.

Los resultados son los siguientes: no hubo evolución bacteriana en el transcurso de la conservación durante 43 días a 5 ± 1 °C de las leches (i) no tratadas térmicamente y (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos (pasteurización).

Los contenidos bacterianos permanecieron inferiores a 10 UFC/ml en las leches no tratadas térmicamente e inferiores a 1 UFC/ml en las leches pasteurizadas.

Esta duración de la conservación de las leches microfiltradas sobre 1,4 µm y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicamente a 72 °C durante 18 segundos (pasteurización), es bastante superior a la fecha límite de consumo fijada por la legislación para una leche pasteurizada.

v-2) Evolución de las concentraciones de NPN y de NCN

45 La figura 28 ilustra los resultados correspondientes a la evolución de las concentraciones de NPN y NCN (g/kg) de

las leches conservadas en cámara fría a 5 ± 1 °C, en el transcurso del tiempo (días).

Estas leches se conservaron durante 43 días a 5 ± 1 °C, seguidamente las botellas de las leches se agotaron y el experimento se detuvo.

5

Conclusiones

(a) La microfiltración de la leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares se realizó durante un periodo de 7 horas, sin problema alguno de taponamiento.

10

(b) La microfiltración sobre 1,4 μm permitió la purificación bacteriana de la leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces sobre 600 + 60 bares. En la leche microfiltrada, el contenido bacteriano era inferior a 10 UFC/ml. Después del tratamiento térmico, el contenido bacteriano era inferior a 1 UFC/ml.

15

(c) En el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre 1,4 μm de la leche estandarizada a 38 g/kg homogeneizada dos veces a 600 + 60 bares, el paso de la materia grasa a través de la membrana era de 90,5% y el paso de la materia nitrogenada total era de 96,3%. Los resultados muestran que no hubo evolución significativa de los porcentajes de paso de materia grasa y de materia nitrogenada total a través de la membrana de microfiltración.

20

(d) En el transcurso del procedimiento de homogeneización y de microfiltración tangencial sobre 1,4 μm , un 9,3% de las proteínas solubles fueron desnaturalizadas. Después de la etapa de tratamiento térmico (72 °C durante 15 segundos), un 17,5% de las proteínas solubles fueron desnaturalizadas.

25

(e) Las leches microfiltradas sobre 1,4 μm y seguidamente (i) no tratadas térmicamente o (ii) tratadas térmicas a 72 °C durante 15 segundos fueron conservadas a 5 ± 1 °C durante 43 días sin evolución alguna de su contenido bacteriano. En NCN y NPN de las leches no evolucionó de manera significativa. Esta duración de la conservación de las leches es bastante superior a la de las leches pasteurizadas comercializadas actualmente, lo que demuestra el interés del procedimiento desarrollado.

30

EJEMPLO 4: Influencia del factor de concentración en volumen sobre la etapa de microfiltración tangencial

Material de partida

35

Leche de vaca cruda de gran mezcla, estandarizada en materia grasa a 18 g/kg después de un desnatado sobre una desnatadora Elecrem a 50 °C.

La leche estandarizada fue calentada a 45 °C y seguidamente homogeneizada dos veces a 800 + 80 bares (homogeneizador Rannie Lab 12/51 H, ATS, Moissy Cramayel, Francia).

40

Parámetros de la microfiltración tangencial

45

Se utilizaron membranas minerales (PALL EXEKIA, Tarbes, Francia; 19 canales con 4 mm de diámetro, longitud de 1,02 m, 1P19-40) con una doble capa de alúmina (Sterilox) y un límite de corte de 0,8 μm (superficie de 0,24 m²) para la etapa de microfiltración. La etapa de microfiltración tangencial se realizó a una presión transmembranaria uniforme (UTP).

Los parámetros de la microfiltración son los siguientes:

50

- La velocidad de barrido escogida es de 7 m/s (es decir, un caudal de recirculación de 6 m³/h),

- La presión de alimentación utilizada es de 1,8 bares,

- La temperatura de realización de la microfiltración es de 57 ± 1 °C,

55

- Los factores de concentración en volumen (FCV) se fijan a (i) FCV = 10, (ii) FCV = 15 y (iii) FCV = 20,

- Los caudales de permeación se fijan a (i) 200 l/h/m² para el FCV = 10 y (ii) 150 l/h/m² para el FCV = 15 y el FCV = 20.

60

Resultados

(i) Evolución de la presión transmembranaria en función de los factores de concentración en volumen

65

La figura 29 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo, en función del factor de concentración en volumen. Para un FCV = 10, la microfiltración de la leche estandarizada a 18 g/kg de materia grasa

y homogeneizada dos veces a 800 + 80 bares se realizó durante 2 horas. La presión transmembranaria evolucionó de 0,39 a 0,55 bares.

5 Seguidamente, el caudal de permeado se disminuyó a 150 l/h/m² (es decir 36 l/h para la membrana de 0,25 m²); el caudal de materia retenida se llevó a 2,6 l/h para obtener un FCV de 15 (FCV = [(36+2,6)/2,6] ~ 15).

A un FCV de 15, la microfiltración de la leche estandarizada a 18 g/kg de materia grasa y homogeneizada 2 veces a 800 + 80 bares se realizó durante 1 h 30. La presión transmembranaria evolucionó de 0,50 a 0,54 bares.

10 Seguidamente, el caudal de permeado se mantuvo a 150 l/h/m² y el caudal de materia retenida se llevó a aproximadamente 1,6 l/h para obtener un FCV de aproximadamente 20 (FCV = [(36+1,6)/1,6] ~ 23).

A un FCV de 20, la microfiltración de la leche estandarizada a 18 g/kg de materia grasa y homogeneizada 2 veces a 800 + 80 bares se realizó durante 2 horas. La presión transmembranaria evolucionó de 0,53 a 0,57 bares.

15 Seguidamente, la alimentación de producto se agotó y el experimento se detuvo.

Este aumento del factor de concentración en volumen desde un FCV de 10 hasta un FCV de 20 no condujo al taponamiento de la membrana de 0,8 µm.

20 (ii) Contenido bacteriano

Los contenidos bacterianos se precisan la tabla 15 siguiente.

Tabla 15: Coliformes, termófilos y flora total

| Muestras | Coliformes (UFC/ml) | Termófilos (UFC/ml) | Flora total* (UFC/ml) |
|---------------------------|---------------------|---------------------|-----------------------|
| Leche estandarizada | 255 | 10 | 130.000 |
| Microfiltrado FCV = 10 | <1 | <1 | <1 |
| Microfiltrado FCV = 15 | <1 | <1 | <1 |
| Microfiltrado FCV = 20 | <1 | <1 | <1 |
| Materia Retenida FCV = 10 | <1 | 91 | 49.000 |
| Materia Retenida FCV = 15 | <1 | 110 | 67.000 |
| Materia Retenida FCV = 20 | <1 | 110 | 51.000 |

25 * Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 18 g/kg de materia grasa y homogeneizada 2 veces a 800 + 80 bares; Microfiltrado y materia Retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 µm, con diferentes factores de concentración en volumen (FCV)

30 (iii) Composición bioquímica de los productos

La composición bioquímica de los productos obtenidos en las diferentes fases del procedimiento de tratamiento se detalla en la tabla 16 siguiente.

35 Tabla 16: Composición Bioquímica de los productos en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|---------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche estandarizada | 6,77 | 18,00 | 106,22 | 33,89 | 7,13 | 1,38 |
| Leche homogeneizada 2 | 6,76 | 17,75 | ND | 33,89 | 6,57 | 1,49 |
| Microfiltrado FCV = 10 | 6,75 | 15,00 | 103,67 | 31,56 | 6,65 | 1,63 |
| Microfiltrado FCV = 15 | 6,75 | 15,25 | 103,39 | 31,18 | 6,63 | 1,65 |
| Microfiltrado FCV = 20 | 6,72 | 15,75 | 104,64 | 32,79 | 6,96 | 1,67 |
| Materia Retenida FCV = 10 | 6,68 | 35,50 | 147,80 | 54,87 | ND | ND |
| Materia Retenida FCV = 15 | 6,63 | 41,90 | 156,24 | 59,94 | ND | ND |
| Materia Retenida FCV = 20 | 6,65 | 44,45 | 160,73 | 62,81 | ND | ND |

Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 18 g/kg de materia grasa y homogeneizada 2 veces a 800 + 80 bares; Leche homogeneizada 2 = leche estandarizada, homogeneizada dos veces sucesivamente y antes de la etapa de microfiltración tangencial; Microfiltrado y materia Retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 µm realizada con diferentes factores de

concentración en volumen (FCV)

* Abreviaturas: MG = Materia Grasa; EST = Extracto Seco Total; MAT = Materia Nitrogenada Total; NCN = Nitrógeno No Caseínico; NPN = Nitrógeno No Proteico. ND = No Determinado.

5 Conclusiones

(a) Es posible aumentar el factor de concentración en volumen (FCV) en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial de la leche parcialmente desnatada (18 g/kg de materia grasa) desde FCV = 10 hasta FCV = 20. Esto no supuso el taponamiento de la membrana.

10 (b) La microfiltración tangencial realizada sobre la membrana de 0,8 µm retiene casi un 100% de la flora total presente en la leche parcialmente desnatada y homogeneizada dos veces. Se obtuvo un contenido bacteriano inferior a 1 UFC/ml en el microfiltrado, cualquiera que fuera el FCV utilizado. Estos ensayos demuestran que el aumento del FCV en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial de la leche parcialmente desnatada desde FCV = 10 hasta FCV = 20 no afecta a la purificación microbiana del producto.

15 (c) El aumento del FCV permite aumentar el porcentaje de paso de la materia grasa a través de la membrana de 0,8 µm: 83,3% para FCV = 10 contra 87,5% para FCV = 20.

20 (d) El aumento del FCV permite aumentar el porcentaje de paso de la materia nitrogenada total a través de la membrana de 0,8 µm: 93,1% para FCV = 10 contra 96,8% para FCV = 20.

(e) El aumento del FCV permite reducir los volúmenes de coproducto (materia retenida): 10% de materia retenida para FCV = 10; 7,5% para FCV = 15; 5% de materia retenida para FCV = 20.

25 (f) De forma alternativa, la materia retenida obtenida con un FCV = 10 podría ser nuevamente tratada en una segunda fase de microfiltración sobre 0,8 µm con un FCV = 2 y caudales adaptados. El microfiltrado obtenido en esta segunda etapa, parcialmente purificado sobre 0,8 µm, podría ser añadido a la leche purificada obtenida en la primera etapa de la microfiltración. Esto permitiría reducir la cantidad de coproducto.

30 EJEMPLO 5: Capacidades potenciales de retratamiento en una segunda etapa de microfiltración tangencial de una materia retenida obtenida en la primera etapa

Material de partida

35 Materia retenida de microfiltración de una leche estandarizada, homogeneizada 2 veces a 640 + 60 bares (homogeneizador RANNIE LAB 12/51 H, ATS, Moissy Cramayel, Francia) obtenido a un FCV 10 sobre una membrana de 1,4 µm.

Parámetros de la microfiltración

40 Se utilizaron membranas minerales (PALL EXEKIA, Tarbes, Francia; 19 canales con 4 mm de diámetro, longitud de 1,02 m, 1P19-40) con una doble capa de alúmina (Sterilox) y un límite de corte de 1,4 µm (superficie de 0,24 m²) para la microfiltración de la materia retenida. La etapa de microfiltración tangencial se realizó a una presión transmembranaria uniforme (UTP).

Los parámetros de la microfiltración son los siguientes:

50 - La velocidad de barrido es de 7 m/s (es decir, un caudal de recirculación de 6 m³/h);

- La presión de alimentación es de 1,8 bares;

- La temperatura de realización de la microfiltración es de 57 ± 1 °C;

55 - El factor de concentración en volumen (FCV) se fijó a FCV = 2;

- Los caudales de permeación se ajustaron.

60 EJEMPLO 5.1: Retratamiento de una materia retenida de microfiltración obtenida a partir de una leche estandarizada a 38 g/kg

Parámetros de la microfiltración

65 La membrana de microfiltración utilizada en este ensayo es la que sirvió previamente para la producción de la materia retenida durante 7 horas a un FCV 10 a partir de una leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa

homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares.

El caudal de permeación se fijó a 125 l/h/m² (es decir 30 Uh para una membrana de 0,24 m²).

- 5 El caudal de materia retenida se fijó a 30 Uh (recirculación de esta materia retenida en la bandeja de alimentación, es decir, un funcionamiento por tandas).

Resultados

- 10 i) Evolución de la presión transmembranaria

15 La figura 30 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo. La microfiltración de la materia retenida FCV 10 se realizó durante aproximadamente 30 minutos. La presión transmembranaria evolucionó a partir de 15 minutos desde 0,33 hasta 0,46 bares. No se observó taponamiento alguno. La alimentación de producto se agotó y el experimento se detuvo.

ii) Contenido bacteriano

20 Los contenidos bacterianos se precisan en la tabla 17 siguiente.

Tabla 17: Flora total

| Muestras | Flora Total* UFC/ml |
|---------------------------------------|---------------------|
| Materia Retenida FCV 10 | 23.600 |
| Microfiltrado segunda etapa 1,4 µm | <10 |
| Materia retenida segunda etapa 1,4 µm | 119.000 |

* Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

- 25 iii) Composición bioquímica de los productos

La composición bioquímica de los productos obtenidos en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento se detalla en la tabla 18 siguiente.

Tabla 18: Composición bioquímica de los productos en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|---------------------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche estandarizada | 6,74 | 38,00 | 33,51 | 7,5 | 1,67 |
| Materia retenida FCV10 | 6,58 | 65,36 | 45,52 | ND | ND |
| Materia retenida segunda etapa 1,4 µm | ND | 81,81 | 55,71 | ND | ND |
| Microfiltrado segunda etapa 1,4 µm | 6,72 | 41,75 | 36,94 | 7,12 | 1,78 |

30 Leyenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares; Materia retenida FCV 10 = Materia retenida recuperada en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm de la leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares; Materia retenida segunda etapa 1,4 µm y Microfiltrado segunda etapa 1,4 µm = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm realizada a partir de la materia retenida FCV 10.

35 * Abreviaturas: MG = materia grasa; EST = extracto seco total; MAT = materia nitrogenada total; NCN = nitrógeno no caseínico; NPN = nitrógeno no proteico. ND = no determinado.

Conclusiones

40 Es posible volver a tratar una materia retenida FCV = 10 obtenida con una leche estandarizada a 38 g/kg de materia grasa haciendo una segunda etapa de microfiltración tangencial sobre 1,4 µm. En las presentes condiciones experimentales, esto no condujo al taponamiento de la membrana.

45 La segunda etapa de microfiltración sobre 1,4 µm permite la purificación microbiana de la materia retenida obtenida en la primera etapa de microfiltración. El contenido bacteriano del microfiltrado era inferior a 10 UFC/ml.

50 La segunda etapa de microfiltración sobre 1,4 µm permite obtener un producto (microfiltrado) cuyos contenidos de materia grasa y proteínas son superiores a los de la leche inicial, a saber, materia grasa: 41,8 g/kg contra 38 g/kg y materia nitrogenada total = 36,9 g/kg contra 33,5 g/kg.

La adición de este microfiltrado a la leche purificada obtenida en la primera etapa del procedimiento permitirá aumentar los contenidos de proteínas y de materia grasa.

5 En las condiciones ensayadas, esto permitió valorar un 50% del coproducto (materia retenida) obtenido en la primera etapa del procedimiento y purificarlo microbiológicamente en una segunda etapa de microfiltración.

EJEMPLO 5.2: Retratamiento de una materia retenida de microfiltración obtenida a partir de una leche estandarizada a 17,5 g/kg

10 Parámetros de la microfiltración

La membrana de microfiltración utilizada en este ensayo es la que sirvió previamente para la producción de la materia retenida durante 5 horas a un FCV 10 a partir de una leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa, homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares.

15 El caudal de permeación se fijó a 165 l/h/m² (es decir 40 Uh para una membrana de 0,24 m²).

El caudal de materia retenida se fijó a 35 Uh (recirculación de esta materia retenida en la bandeja de alimentación, es decir, un funcionamiento discontinuo).

20 Resultados

i) Evolución de la presión transmembranaria

25 La figura 31 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo. La microfiltración de la materia retenida FCV 10 se realizó durante 60 minutos. La presión transmembranaria, de aproximadamente 0,32 bares, no evolucionó de manera significativa en el transcurso de la microfiltración. No se observó taponamiento alguno. La alimentación de producto se agotó y el experimento se detuvo.

30 El factor de concentración final es de 8 y el factor de concentración en volumen global del ensayo es de 8 x10, es decir, un FCV de 80.

ii) Contenido bacteriano

35 Los contenidos bacterianos se precisan en la tabla 19 siguiente.

Tabla 19: Flora total

| Muestras | Flora total* UFC/ml |
|--------------------------------------|---------------------|
| Materia retenida FCV 10 | 3.000 |
| Microfiltrado segunda etapa 1,4 µm | <10 |
| Materia retenida segunda etapa 1,4µm | 120.000 |

* Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

40 iii) Composición bioquímica de los productos

La composición bioquímica de los productos obtenidos en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento se detalla en la tabla 20 siguiente.

45 Tabla 20: Composición bioquímica de los productos en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|--------------------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Leche estandarizada | 6,76 | 17,5 | 107,39 | 34,2 | 7,1 | 1,7 |
| Materia retenida FCV10 | 6,56 | 29 | 124,21 | 40,9 | 7,0 | 1,7 |
| Materia retenida segunda etapa 1,4µm | ND | 37 | ND | 67,4 | ND | ND |
| Microfiltrado segunda etapa 1,4 µm | ND | 21 | ND | 41,9 | ND | ND |

50 Legenda: Leche estandarizada = leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares; Materia retenida FCV 10 = Materia retenida recuperada en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm de la leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa y homogeneizada dos veces a 640 + 60 bares; Materia retenida segunda etapa 1,4 µm y Microfiltrado segunda etapa 1,4 µm = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 µm realizada a partir de la materia retenida FCV 10.

* Abreviaturas: MG = materia grasa; EST = extracto seco total; MAT = materia nitrogenada total; NCN = nitrógeno no caseínico; NPN = nitrógeno no proteico. ND = no determinado.

Conclusiones

5 (a) Es posible volver a tratar una materia retenida FCV = 10 obtenida con una leche estandarizada a 17,5 g/kg de materia grasa haciendo una segunda etapa de microfiltración tangencial sobre 1,4 μm . En las presentes condiciones experimentales, se obtuvo un FCV de 8 en la segunda etapa, lo que condujo a un FCV final de 80 (FCV = 10 x8). Estas condiciones experimentales no condujeron al taponamiento de la membrana.

10 (b) La segunda etapa de microfiltración sobre 1,4 μm permite la purificación microbiana de la materia retenida obtenida en la primera etapa de microfiltración. El contenido bacteriano del microfiltrado era inferior a 10 UFC/ml.

15 (c) La segunda etapa de microfiltración sobre 1,4 μm permite obtener un microfiltrado cuyos contenidos de materia grasa y de proteínas son superiores a los de la leche inicial (materia grasa: 21 g/kg frente a 17,5 g/kg y materia nitrogenada total = 41,9 g/kg frente a 34,2 g/kg).

20 La adición de este microfiltrado a la leche purificada obtenida en la primera etapa de microfiltración del procedimiento permitirá aumentar los contenidos de proteínas y de materia grasa.

(d) En las condiciones ensayadas, esto permitió valorizar un 85% del coproducto (materia retenida de microfiltración) obtenido en la primera etapa de microfiltración del procedimiento purificándolo microbiológicamente en una segunda etapa de microfiltración.

25 EJEMPLO 6: Comparación de la calidad de las leches homogeneizadas y microfiltradas, preparadas con y sin células somáticas

30 Se ha mostrado que las células somáticas de la leche se rompen en el transcurso de la etapa de homogeneización. Una microfiltración tangencial sobre membrana de 12 μm , que permite eliminar las células somáticas de la leche, podría mejorar la calidad de las leches.

Por tanto, se comparó la estabilidad de las leches, con o sin microfiltración tangencial sobre membrana de 12 μm en dirección ascendente de la etapa de homogeneización.

35 Materia prima

Leches de vaca de gran mezcla.

40 Preparación de la leche

(i) con células somáticas: la leche contenía 150.000 células/ml (contenido clásico). La leche fue estandarizada en materia grasa a 19 g/kg con leche desnatada.

45 (ii) sin células somáticas: la leche fue microfiltrada sobre una membrana con un límite de corte de 12 μm , utilizando los parámetros hidrodinámicos siguientes: velocidad de barrido = 4,6 m/s; temperatura = 55 °C; presión de alimentación = 1,7 bares; caudal de permeación = 1.500 l/h/m²; factor de reducción en volumen = 15. La microfiltración sobre membrana de 12 μm permitió eliminar todas las células somáticas de la leche.

50 La leche fue estandarizada en materia grasa a 19 g/kg con leche desnatada sin células somáticas.

Homogeneización

Las leches con o sin células fueron sometidas a dos homogeneizaciones sucesivas a 800 + 80 bares.

55 Microfiltración 0,8 μm

Las leches homogeneizadas fueron microfiltradas sobre una membrana de 0,8 μm .

Tratamiento térmico de la leche

60 Los microfiltrados fueron envasados en recipientes esterilizados y seguidamente introducidos en el dispositivo de tratamiento térmico (UHT, HTST Lab-Electric, model 25DH; Microthermics, Estados Unidos). Las leches purificadas fueron sometidas a un tratamiento térmico a $96 \pm 0,5$ °C durante 6 segundos.

65 Conservación de las leches y seguimiento de su evolución en el transcurso del tiempo

Las leches fueron almacenadas a 30 °C.

5 Se realizaron mediciones del nitrógeno no caseínico (NCN) en el transcurso del tiempo. Se realizaron igualmente análisis microbiológicos.

Resultados

10 Las leches con y sin células somáticas estaban esterilizadas después de la etapa de microfiltración sobre 0,8 µm. No se comprobó desarrollo bacteriano alguno en las leches en el transcurso de su almacenamiento durante 90 o 180 días a 30 °C.

15 En lo que se refiere a la evolución de la proporción de NCN (g/kg) en el transcurso del tiempo, los resultados obtenidos se presentan en la figura 32.

Conclusiones

20 No hay efecto de la presencia de las células somáticas con anterioridad a la homogeneización, sobre la evolución del NCN en el transcurso del tiempo (90 días, 30 °C) después de microfiltración sobre 0,8 µm y un tratamiento térmico a 96 °C durante 6 segundos.

EJEMPLO 7: Purificación microbiana de una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal emulsionada

25 Materiales de partida

Leche de vaca de gran mezcla desnatada (la materia grasa láctea fue eliminada mediante desnatado centrífugo).

30 Mezcla de materias vegetales: aceite de palma (45%), aceite de coco (25%), aceite de soja (30%). La mezcla de las materias grasas vegetales se calentó a una temperatura que permitiera llevarla a un estado líquido (60 °C).

35 La mezcla de leche desnatada y de materias grasa vegetales se estandarizó, se emulsionó (45 °C; velocidad máxima, mezclador dinámico SMX 500, HMI, S.A. Barthélémy Auffray, Vezin le coquet, Francia), seguidamente se homogeneizó 2 veces (homogeneizador RANNIE LAB 12/51 H, ATS, Moissy Cramayel, Francia) antes de ser microfiltrada para asegurar su purificación microbiana.

Membranas de microfiltración

40 Para la etapa de microfiltración se utilizaron membranas minerales (PALL EXEKIA, Tarbes, Francia; 19 canales con 8 mm de diámetro, longitud de 1,02 m, 1P19-40) con una doble capa de alúmina (Sterilox). La etapa de microfiltración tangencial se realizó a una presión transmembranaria uniforme (UTP).

45 Se utilizaron dos límites de corte de la membrana, a saber, (i) 1,4 µm y (ii) 0,8 µm, para la purificación microbiana de la preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal estandarizada y homogeneizada 2 veces.

50 Según el procedimiento propuesto, la purificación microbiana de la preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal se realizó a temperaturas inferiores a las empleadas en una pasteurización o una esterilización UHT. El procedimiento de purificación microbiana, descrito por el solicitante, conserva por tanto los valores nutritivos y las propiedades organolépticas de los componentes.

Este procedimiento podría ser aplicado, por ejemplo, a la purificación microbiana de bebidas lácteas preparadas con materias grasas vegetales, leches infantiles y leches de crecimiento.

EJEMPLO 7.1: Purificación microbiana sobre una membrana de 1,4 µm

55 Homogeneización

60 La mezcla de leche desnatada y materias grasas vegetales estandarizada fue homogeneizada 2 veces previamente a la microfiltración sobre 1,4 µm. Para cada etapa de homogeneización, la presión aplicada sobre la primera etapa era de 650 bares y la presión aplicada sobre la segunda etapa era de 65 bares. La temperatura del producto a la entrada del homogeneizador era de 45 °C ± 2 °C.

Parámetros de la microfiltración

65 La membrana utilizada presenta un límite de corte de 1,4 µm (superficie de 0,24 m²). Los parámetros de la

microfiltración son los siguientes:

- La velocidad de barrido es de 7 m/s;

5 - La presión de alimentación es de 1,8 bares;

- La temperatura de realización de la microfiltración es de 57 ± 1 °C;

- El factor de concentración en volumen (FCV) se fijó en 10;

10

- El caudal de permeación se fijó a 250 l/h/m².

La microfiltración sobre 1,4 µm se realizó durante más de 4 horas (4 h 40) y seguidamente la alimentación de producto (preparación basada en leche desnatada y materias grasas vegetales, estandarizada, emulsionada y homogeneizada 2 veces) se agotó y el experimento se detuvo.

15

Resultados

i) Evolución de la presión transmembranaria en el transcurso de la microfiltración sobre 1,4 µm

20

La figura 33 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo. La presión transmembranaria evolucionó de 0,28 a 0,39 bares en 4 h 40. Esta evolución no condujo al taponamiento de la membrana.

25 ii) Contenido bacteriano

Los contenidos bacterianos se precisan en la tabla 21 siguiente.

Tabla 21: Coliformes, termófilos y flora total

| Muestras | Coliformes totales UFC/ml | Termófilos UFC/ml | Flora total* UFC/ml |
|----------------------|---------------------------|-------------------|----------------------|
| Producto emulsionado | <10 | > 300 | 1,15 10 ³ |
| Microfiltrado 1,4 µm | <1 | <1 | <10 |

30 * Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

iii) Composición bioquímica de la leche

La composición bioquímica de los productos en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento, se detalla en la tabla 22 siguiente.

35

Tabla 22: Composición bioquímica de los productos en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|--------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Fase acuosa | 6,93 | 0 | 96,67 | 22,00 | 5,26 | 1,18 |
| MG vegetales | ND | 1000 | ND | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| Producto homogeneizado 2 | 6,89 | 24,25 | 118,39 | 21,19 | 3,80 | 1,03 |
| Microfiltrado 1 h | 6,89 | 19,75 | ND | 19,95 | ND | ND |
| Microfiltrado 2 h | 6,89 | 19,50 | ND | 19,95 | ND | ND |
| Microfiltrado 3 h | 6,88 | 19,50 | ND | 19,95 | ND | ND |
| Microfiltrado 4 h | 6,87 | 19,13 | ND | 18,00 | ND | ND |
| Microfiltrado medio | 6,90 | 18,75 | 114,22 | 20,12 | 4,03 | 1,16 |
| Materia retenida 1 h | 6,89 | 56,50 | ND | 29,42 | ND | ND |
| Materia retenida 2 h | 6,88 | 56,25 | ND | 29,42 | ND | ND |
| Materia retenida 3 h | 6,86 | 57,25 | ND | 29,42 | ND | ND |
| Materia retenida 4 h | 6,88 | 58,00 | ND | 30,54 | ND | ND |
| Materia retenida media | 6,83 | 57,00 | 160,91 | 30,09 | 3,57 | 1,08 |

Leyenda: Fase acuosa = mezcla de leche desnatada, lactosa y agua sometida a ósmosis para estandarizar la preparación; Producto homogeneizado 2 = preparación después de las dos homogeneizaciones sucesivas y antes

de la etapa de microfiltración tangencial; Microfiltrado y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 μm, a diferentes valores del tiempo (expresados en horas).

*Abreviaturas: MG = materia grasa; EST = extracto seco total; MAT = materia nitrogenada total; NCN = nitrógeno no caseínico; NPN = nitrógeno no proteico; ND = no determinado.

iv) Distribución de los tamaños de las gotitas lípidas

La figura 34 representa la distribución de los tamaños de gotitas lípidas en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento.

Los valores correspondientes se detallan adicionalmente en la tabla 23 siguiente.

Tabla 23: Parámetros granulométricos extraídos de las distribuciones de tamaños de las gotitas lípidas

| | Parámetros granulométricos | | | | | |
|--------------------------|----------------------------|--------------------|--------------------|------------|------------|------------|
| | Modo μ | d ₃₂ μm | d ₄₃ μm | < 0,3 μm % | < 0,5 μm % | < 0,8 μm % |
| Producto emulsionado | 8,48 | 5,78 | 8,66 | 0 | 0,14 | 0,69 |
| Producto homogeneizado 1 | 0,18 | 0,16 | 0,30 | 65,82 | 83,04 | 95,00 |
| Producto homogeneizado 2 | 0,17 | 0,15 | 0,24 | 72,84 | 90,46 | 98,99 |
| Microfiltrado medio | 0,16 | 0,13 | 0,20 | 83,05 | 95,76 | 99,87 |
| Materia retenida media | 0,45 | 0,23 | 0,36 | 48,54 | 75,46 | 95,41 |

Legenda: Producto emulsionado = preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal estandarizada con tratamiento; Producto homogeneizado 1 = producto homogeneizado 1 vez a 650 + 65 bares; Producto homogeneizado 2 = producto homogeneizado 2 veces a 650 + 65 bares; Microfiltrado y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 μm, durante 4 horas.

Conclusiones

(a) Estos resultados demuestran que es posible microfiltrar sobre una membrana de 1,4 μm una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal emulsionada.

(b) La microfiltración tangencial sobre una membrana de 1,4 μm permitió reducir el contenido bacteriano de la preparación basada en leche desnatada y materia vegetal emulsionada en al menos 2 log y obtener un contenido bacteriano inferior a 10 UFC/ml en el microfiltrado.

(c) Los resultados muestran:

- una proporción de paso de la materia nitrogenada total de 95%, es decir $(20,12/21/19) \times 100$;

- una proporción de paso de la materia grasa de 77%, es decir $(18,75/24/25) \times 100$. Este grado de paso de las gotitas lípidas a través de la membrana de microfiltración de 1,4 μm podría ser mejorado (a) optimizando la formulación, por ejemplo añadiendo emulsionantes (lecitina), (b) optimizando los parámetros de la homogeneización (válvula del homogeneizador, presión, número de etapas de homogeneización), (c) mediante optimización de los parámetros de la microfiltración tangencial y volviendo a tratar la materia retenida con un FCV de 2.

EJEMPLO 7.2: Purificación microbiana sobre una membrana de 0,8 μm

Homogeneización

La mezcla de leche desnatada y materias grasas vegetales estandarizada se homogeneizó 2 veces con anterioridad a la microfiltración sobre 0,8 μm. Para cada etapa de homogeneización, la presión aplicada sobre la primera etapa fue de 850 bares y la presión aplicada sobre la segunda etapa fue de 85 bares. La temperatura del producto a la entrada del homogeneizador era de 45 °C ± 2 °C.

Parámetros de la microfiltración

Membrana con un límite de corte de 0,8 μm (superficie de 0,24 m²). Los parámetros de la microfiltración son los siguientes:

- La velocidad de barrido era de 7 m/s;

- La presión de alimentación era de 1,8 bares;
- La temperatura de realización de la microfiltración era de 57 ± 1 °C;
- El factor de concentración en volumen (FCV) se fijó en 10;
- El caudal de permeación se fijó a 150 l/h/m².

La microfiltración sobre 0,8 µm se realizó durante 2 horas y seguidamente la alimentación de producto (preparación basada en leche desnatada y materias grasas vegetales, estandarizada, emulsionada y homogeneizada 2 veces) se agotó y el experimento se detuvo.

Resultados

i) Evolución de la presión transmembranaria en el transcurso de la microfiltración sobre 0,8 µm

La figura 35 ilustra la evolución de la presión transmembranaria en el transcurso del tiempo. La presión transmembranaria evolucionó de 0,35 a 0,59 bares en 2 horas. Esta evolución no condujo al taponamiento de la membrana.

ii) Contenido bacteriano

Los contenidos bacterianos se precisan en la tabla 24 siguiente:

Tabla 24: Coliformes, termófilos y flora total

| Muestras | Coliformes totales UFC/ml | Termófilos UFC/ml | Flora total* UFC/ml |
|----------------------|---------------------------|---------------------|---------------------|
| Producto emulsionado | 1,70 10 ² | 3,6 10 ² | 2,8 10 ⁴ |
| Microfiltrado 0,8 µm | <1 | <1 | <1 |

* Flora aeróbica mesófila revivificable (FMAR)

iii) Composición bioquímica de la leche

La composición bioquímica de la leche, en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento, se detalla en la tabla 25 siguiente.

Tabla 25: Composición bioquímica de los productos en las diferentes etapas del procedimiento de tratamiento

| | pH | MG* g/kg | EST* g/kg | MAT* g/kg | NCN* g/kg | NPN* g/kg |
|--------------------------|------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Fase acuosa | 6,88 | 0 | 102,88 | 24,44 | 5,40 | 1,24 |
| MG vegetales | ND | 1000 | ND | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| Producto homogeneizado 2 | 6,72 | 29,75 | 130,08 | 23,76 | 4,91 | 1,19 |
| Microfiltrado 1 h 30 | 6,74 | 22,50 | 120,49 | 20,92 | 4,75 | 1,22 |
| Microfiltrado 1 h 45 | 6,74 | 23,25 | 120,21 | 20,92 | 4,87 | 1,22 |
| Microfiltrado 2 h | 6,75 | 23,38 | 121,27 | 21,29 | 4,84 | 1,22 |
| Materia retenida 1 h 30 | 6,73 | 80,67 | 195,73 | 43,00 | 5,40 | 1,14 |

Leyenda: Fase acuosa = mezcla de leche desnatada, lactosa y agua sometida a ósmosis utilizadas para estandarizar la preparación; Producto homogeneizado 2 = producto después de las dos homogeneizaciones sucesivas y antes de la etapa de microfiltración tangencial; Microfiltrado y materia retenida = productos recuperados en el transcurso de la etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 µm, a diferentes valores del tiempo (expresados en horas).

*Abreviaturas: MG = materia grasa; EST = extracto seco total; MAT = materia nitrogenada total, NCN = nitrógeno no caseínico; NPN = nitrógeno no proteico; ND = no determinado.

iv) Distribución del tamaño de las gotitas lípidas

La figura 36 representa la distribución de los tamaños de las gotitas lípidas en diferentes etapas del procedimiento de tratamiento.

Los valores correspondientes se detallan adicionalmente en la tabla 26 siguiente.

Tabla 26: Parámetros granulométricos extraídos de las distribuciones de tamaños de las gotitas lípidas

| | Parámetros granulométricos | | | | | |
|--------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | Modo μm | d_{32} μm | d_{43} μm | < 0,3 μm % | < 0,5 μm % | < 0,8 μm % |
| Producto emulsionado | 6,51 | 3,91 | 6,57 | 0 | 0,35 | 2,72 |
| Producto homogeneizado 1 | 0,15 | 0,14 | 0,23 | 78,14 | 90,94 | 97,74 |
| Producto homogeneizado 2 | 0,15 | 0,13 | 0,19 | 84,51 | 95,20 | 99,64 |
| Microfiltrado 2 h | 0,14 | 0,11 | 0,15 | 95,33 | 98,50 | 99,85 |
| Materia retenida 2 h | 0,22 | 0,17 | 0,26 | 67,30 | 89,40 | 99,39 |

Leyenda: Leche emulsionada = mezcla estandarizada, antes del tratamiento; Producto homogeneizado 1 = producto homogeneizado 1 vez a 850 + 85 bares; Producto homogeneizado 2 = producto homogeneizado 2 veces a 850 + 85 bares; Microfiltrado 2 h y materia retenida 2 h = productos recuperados después de 2 horas de etapa de microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 μm .

Conclusiones

- 10 a) Estos resultados demuestran que es posible microfiltrar, sobre una membrana de 0,8 μm , una preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal emulsionada.
- 15 b) La microfiltración tangencial sobre una membrana de 0,8 μm retiene cerca de 100% de la flora total presente en la preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal emulsionada. Se obtuvo un contenido bacteriano inferior a 1 UFC/ml en el microfiltrado. Esto muestra que la preparación basada en leche desnatada y materia grasa vegetal emulsionada estaba perfectamente purificada microbiológicamente.
- 20 c) Las diferentes etapas del procedimiento conservaron la calidad de las proteínas contenidas en la preparación; menos de un 1% de las proteínas solubles fueron desnaturalizadas (NCN: 4,85/4,91 = 0,98%)
- d) Los resultados bioquímicos muestran:
- una proporción de paso de la materia nitrogenada total de 89,6%, es decir $(21,29/23,76) \times 100$;
 - 25 - una proporción de paso de materia grasa de 78,6%, es decir $(23,38/29,75) \times 100$. Este grado de paso de las gotitas lípidas a través de la membrana de microfiltración de 0,8 μm se podría mejorar (a) optimizando la formulación, por ejemplo, añadiendo emulsionantes (lecitina), (b) optimizando los parámetros de la homogeneización (válvula del homogeneizador, presión, número de etapas de homogeneización), (c) mediante optimización de los parámetros de la microfiltración tangencial y volviendo a tratar la materia retenida con un FCV de 2.
- 30

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para reducir el contenido bacteriano de un medio alimenticio y/o biológico de interés de partida, que contiene gotitas lípidas, procedimiento que comprende las etapas siguientes:

5 (a) una etapa de homogeneización aplicada a dicho medio de interés de manera que se obtenga un medio de interés homogeneizado, generando dicha etapa (a) en dicho medio de interés homogeneizado, gotitas lípidas que tienen un diámetro adaptado para permitir seguidamente su paso a través de una membrana de microfiltración que tiene un límite de corte determinado,

10 (b) una etapa de microfiltración aplicada a dicho medio de interés homogeneizado, obtenido en la etapa (a), sobre una membrana que tiene un límite de corte que permite el paso en el permeado de microfiltración de al menos una parte de dichas gotitas lípidas, reteniendo siempre en la materia retenida de la microfiltración al menos una parte de dichas bacterias, y

15 (c) la recuperación de dicho permeado de microfiltración procedente de la etapa (b), constituyendo dicho permeado un medio alimenticio y/o biológico homogeneizado cuyo contenido bacteriano es reducido con respecto al medio de interés de partida,

20 en el que el procedimiento se caracteriza porque:

- por una parte, dicha etapa de homogeneización (a) comprende al menos dos operaciones de homogeneización sucesivas aplicadas sobre dicho medio de interés a una presión comprendida entre 300 bares y 950 bares, en que las operaciones de homogeneización conducen cada una a una reducción del tamaño de dichas gotitas lípidas, y

25 - por otra parte, dicha etapa de microfiltración (b) consiste en una etapa de microfiltración tangencial.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las operaciones de homogeneización sucesivas, llevadas a cabo durante la etapa (a), son de un número de dos o tres y, preferentemente, un número de dos.

30 3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la etapa de homogeneización (a) se lleva a cabo según parámetros que aseguren un mantenimiento de la temperatura del medio de interés en un intervalo de valores comprendido entre 30 °C y 100 °C, siempre a lo largo de dicha etapa de homogeneización (a).

35 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las operaciones de homogeneización de la etapa de homogeneización (a) cumplen el parámetro siguiente: una temperatura de entrada del medio de interés, antes de cada homogeneización, comprendida entre 30 °C y 90 °C.

40 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la etapa de microfiltración tangencial (b) se lleva a cabo sobre una membrana que tiene un límite de corte comprendido entre 0,5 µm y 1,8 µm.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque:

45 (i) para reducir parcialmente el contenido bacteriano del medio alimenticio y/o biológico de interés:

- la etapa de homogeneización (a) se realiza de forma que al menos un 85 de las gotitas lípidas tengan un diámetro inferior a 1 µm, y

50 - la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza sobre una membrana que tenga un límite de corte comprendido entre 1 µm y 1,8 µm.

(ii) para esterilizar el medio alimenticio y/o biológico de interés:

55 - la etapa de homogeneización (a) se realiza de forma que al menos un 85% de las gotitas lípidas tengan un diámetro inferior a 0,3 µm, y

- la etapa de microfiltración tangencial (b) se realiza sobre una membrana que tenga un límite de corte comprendido entre 0,3 µm y 0,9 µm.

60 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque los parámetros aplicados durante la etapa de microfiltración tangencial (b) cumplen las condiciones siguientes:

- una temperatura para el medio homogeneizado ajustada entre 50 °C y 60 °C,

65

- un caudal de permeación comprendido entre 150 y 300 l/h/m²,
- un factor de concentración en volumen comprendido entre 8 y 10,
- 5 - una velocidad de barrido comprendida entre 6 y 8 m/s, y
- una presión de alimentación comprendida entre 1,5 y 2,5 bares.
- 10 8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque comprende una etapa de estandarización del contenido de materia grasa y/o de proteínas del medio de interés.
- 15 9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el permeado procedente de la etapa de recuperación (c) es sometido a una etapa de tratamiento térmico final (d), por ejemplo, de tipo pasteurización o inactivación enzimática.
- 20 10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque, como medio alimenticio, se trata:
 - (i) leche de mamífero o un producto procedente de leche de mamífero, y una parte al menos las gotitas lípidas consistentes en glóbulos grasos, o
 - (ii) nata obtenida mediante concentración de los glóbulos grasos de una leche de mamífero o una mezcla que contiene uno o varios componentes de la leche y gotitas lípidas que contienen materia grasa de origen vegetal y/o animal.
- 25 11. Instalación para la realización del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizada porque comprende:
 - 30 - al menos un homogeneizador (8, 10) para la realización de la etapa de homogeneización (a) que comprende al menos dos operaciones de homogeneización sucesivas aplicadas sobre el medio de interés a una presión comprendida entre 300 bares y 950 bares, operaciones de homogeneización que conducen cada una a una reducción del tamaño de las gotitas lípidas contenidas en dicho medio de interés, y
 - 35 - al menos un dispositivo de microfiltración tangencial (12, 13) para la realización de la etapa de microfiltración (b) aplicada a dicho medio de interés homogeneizado obtenido en la etapa (a) cuya membrana comprende un límite de corte que permite el paso en el permeado de microfiltración de al menos una parte de dichas gotitas lípidas, reteniendo siempre en la materia retenida de microfiltración al menos una parte de las bacterias.
- 40 12. Instalación según la reivindicación 11, caracterizada porque comprende al menos dos homogeneizadores (8, 10) dispuestos en serie.
- 45 13. Producto del tipo alimenticio y/o biológico homogeneizado y microfiltrado, que consiste en el permeado de microfiltración obtenido al final del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
- 50 14. Producto según la reivindicación 13, caracterizado porque consiste en:
 - (i) un producto lácteo que tiene un contenido de materia grasa total inferior a 40 g/kg, cuyos parámetros cumplen las características siguientes:
 - 55 - una población de gotitas lípidas más considerable en volumen comprendida en un intervalo situado entre 0,12 y 0,15 µm,
 - un valor de d_{4,3} comprendido entre 0,12 y 0,16 µm,
 - 60 - un valor de d_{3,2} comprendido entre 0,10 y 0,12 µm,
 - al menos un 95% de las gotitas lípidas tienen un tamaño máximo de 0,3 µm,
 - un contenido de proteínas solubles cuyo grado de desnaturalización es inferior a 10%, y
 - 65 - un contenido bacteriano inferior a 1 UFC/ml, o
 - (ii) un producto lácteo que tiene un contenido de materia grasa total inferior a 40 g/kg, cuyos parámetros cumplen las características siguientes:
 - una población de gotitas lípidas más considerable en volumen comprendida en un intervalo situado entre 0,14 y

ES 2 612 871 T3

0,17 μm ,

- un valor de $d_{4,3}$ comprendido entre 0,15 y 0,35 μm ,

5 - un valor de $d_{3,2}$ comprendido entre 0,12 y 0,16 μm ,

- al menos un 95% de las gotitas lípidas tienen un tamaño máximo de 1 μm ,

- un contenido de proteínas solubles cuyo grado de desnaturalización es inferior a 10%, y

10

- un contenido bacteriano inferior a 10 UFC/ml.

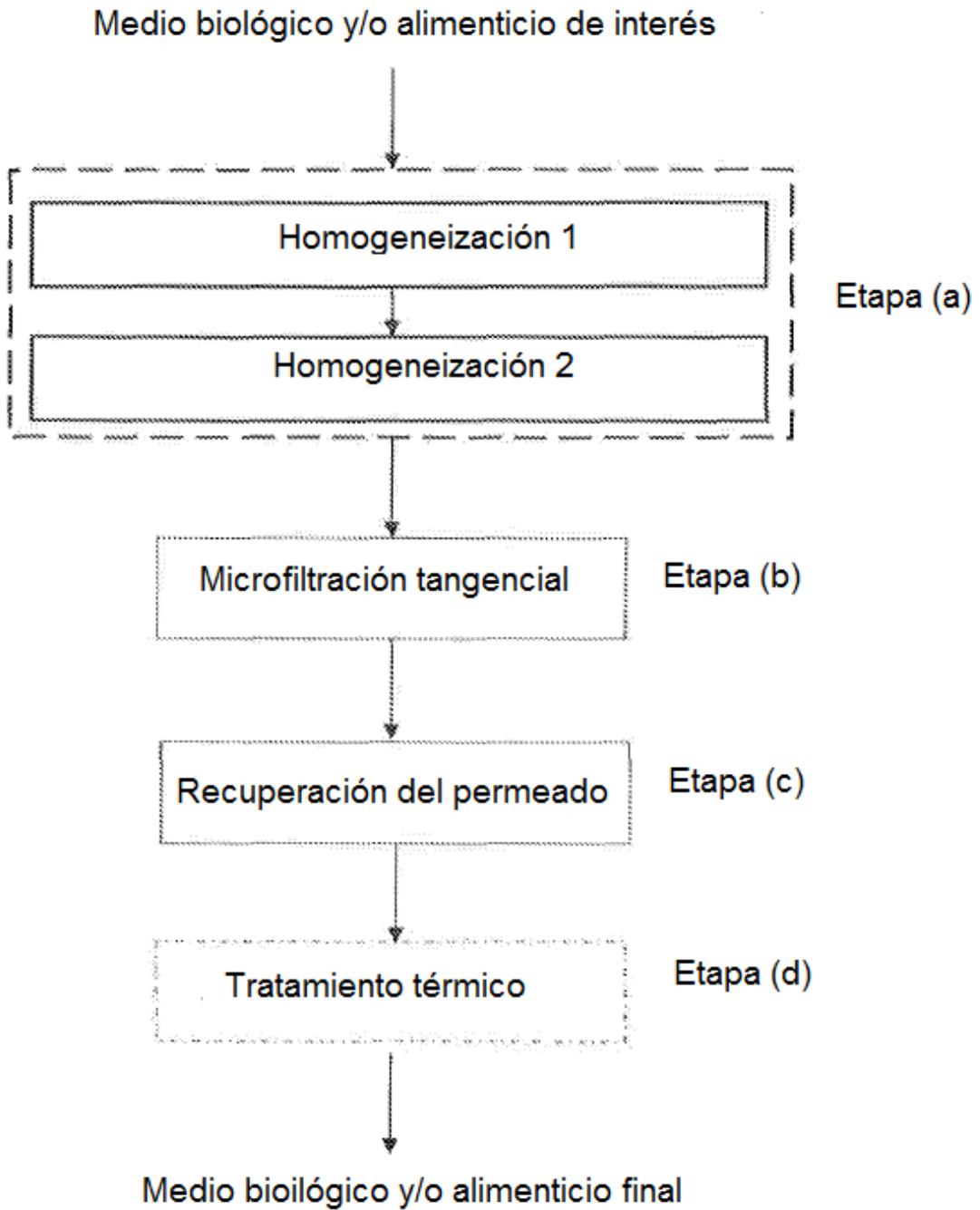


Fig. 1

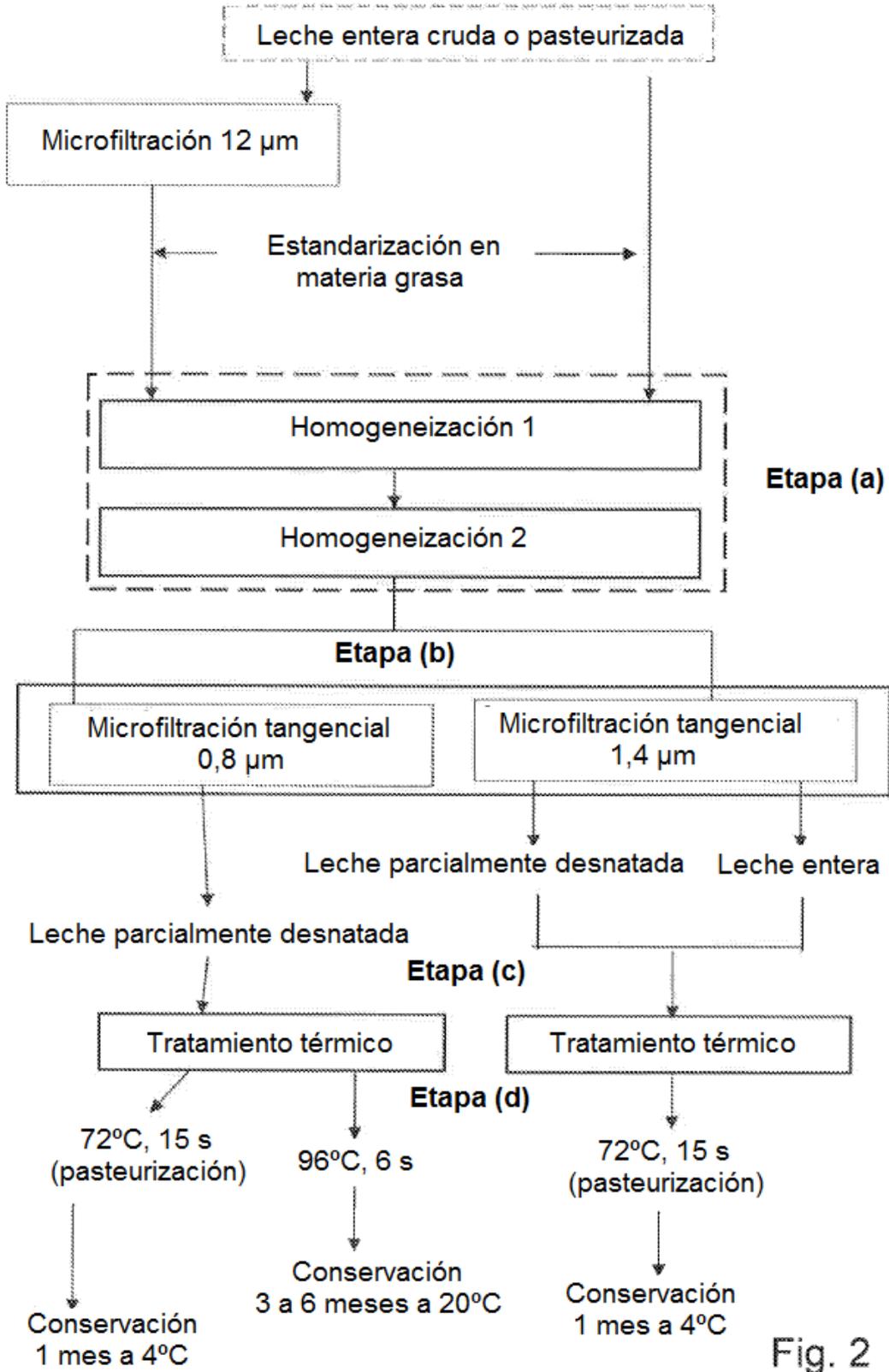


Fig. 2

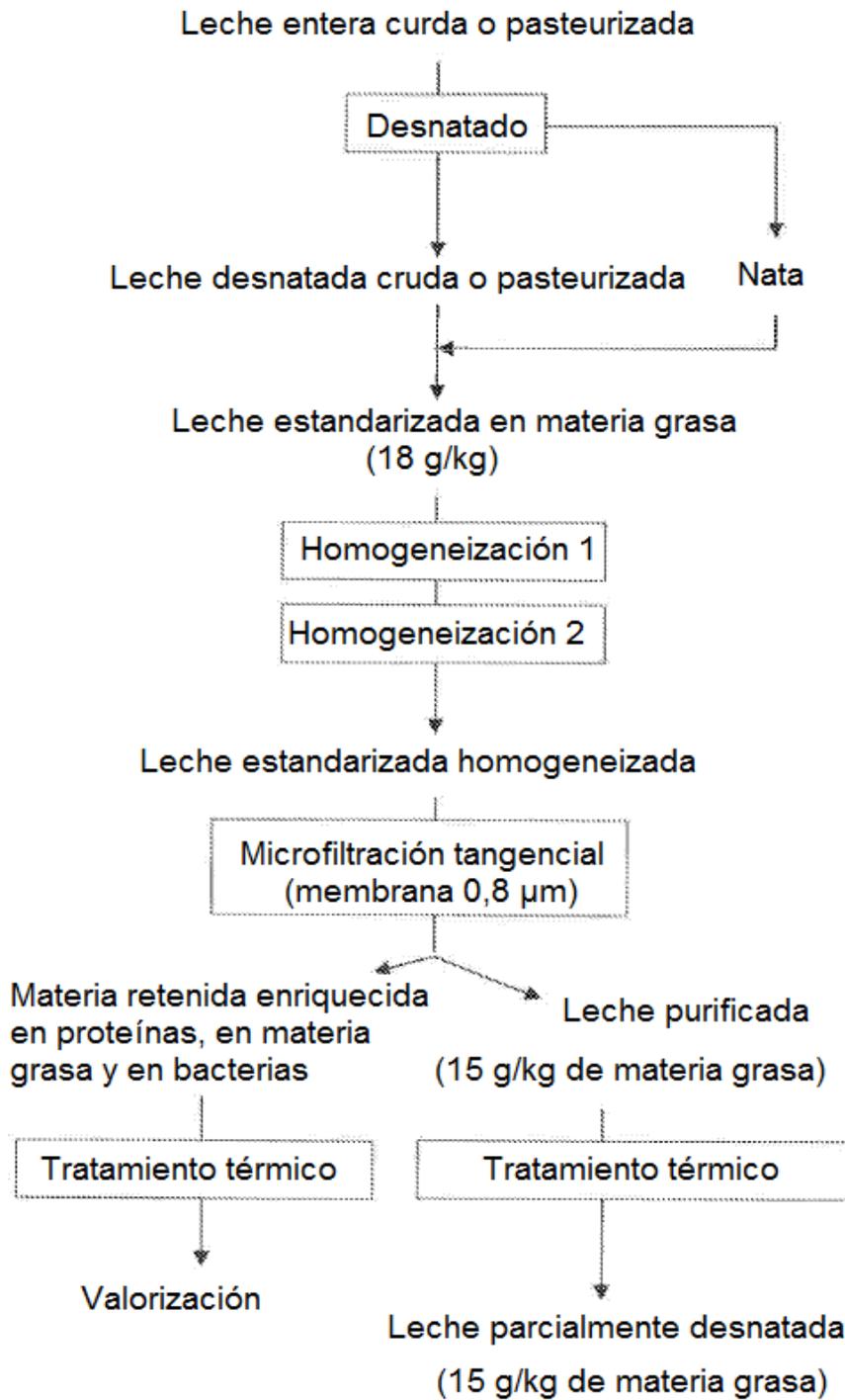


Fig. 3

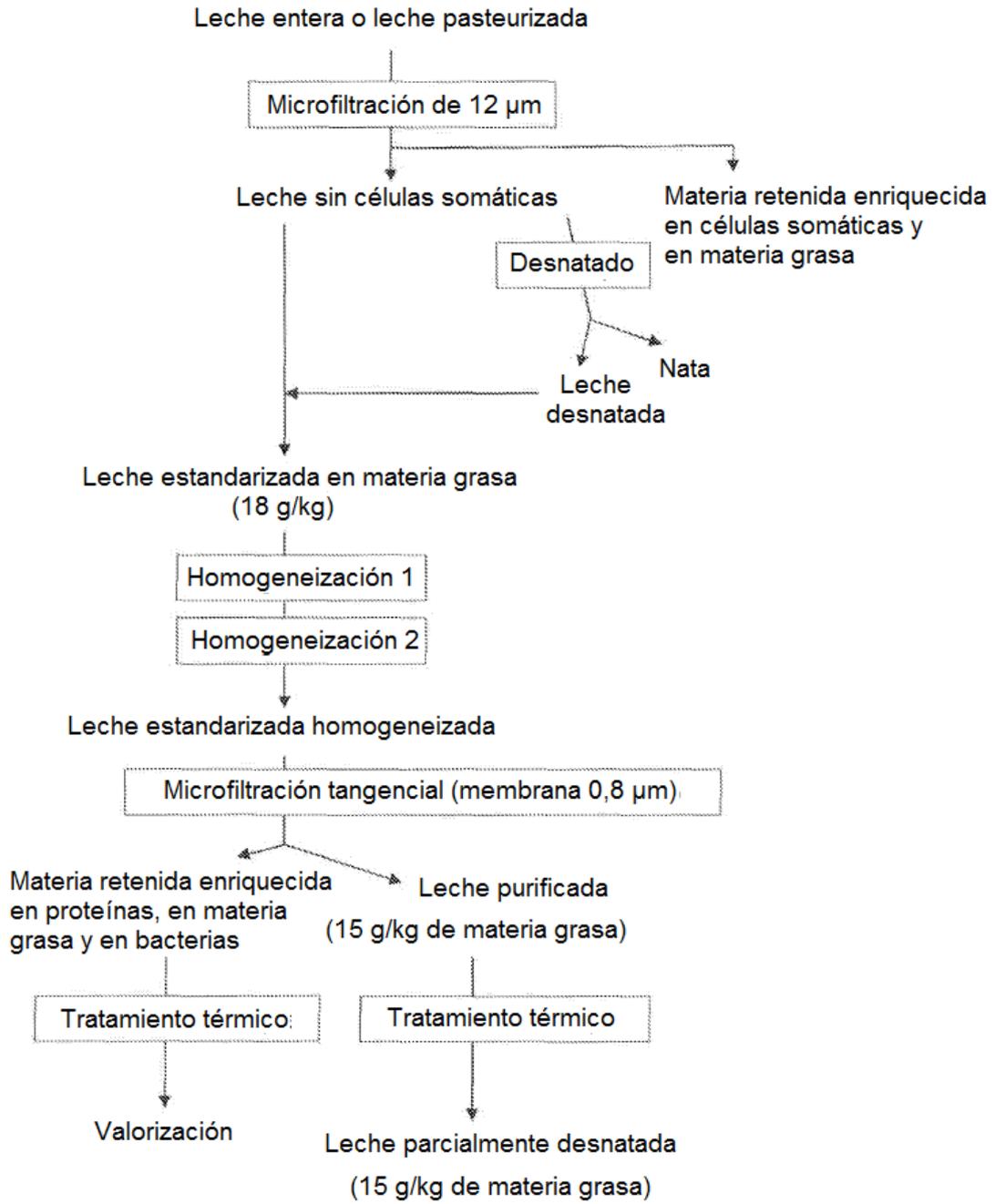


Fig. 4

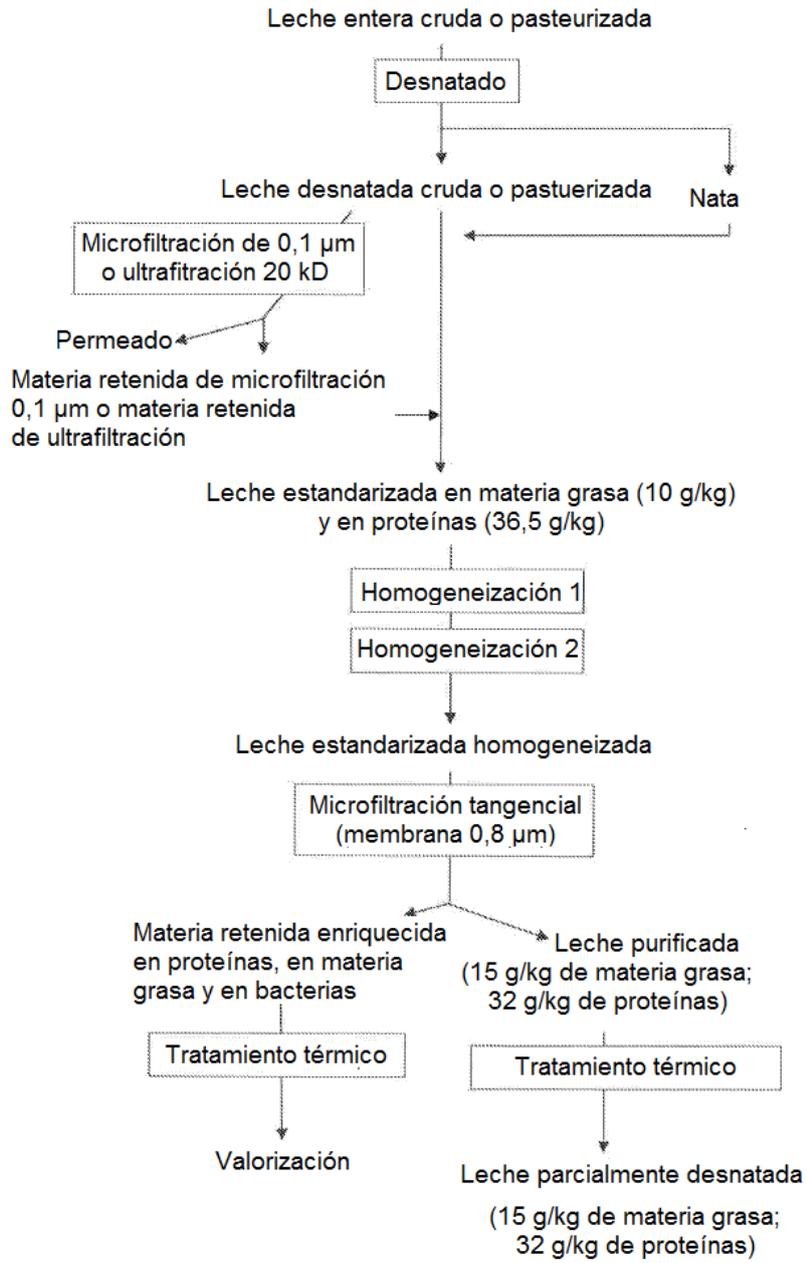


Fig. 5

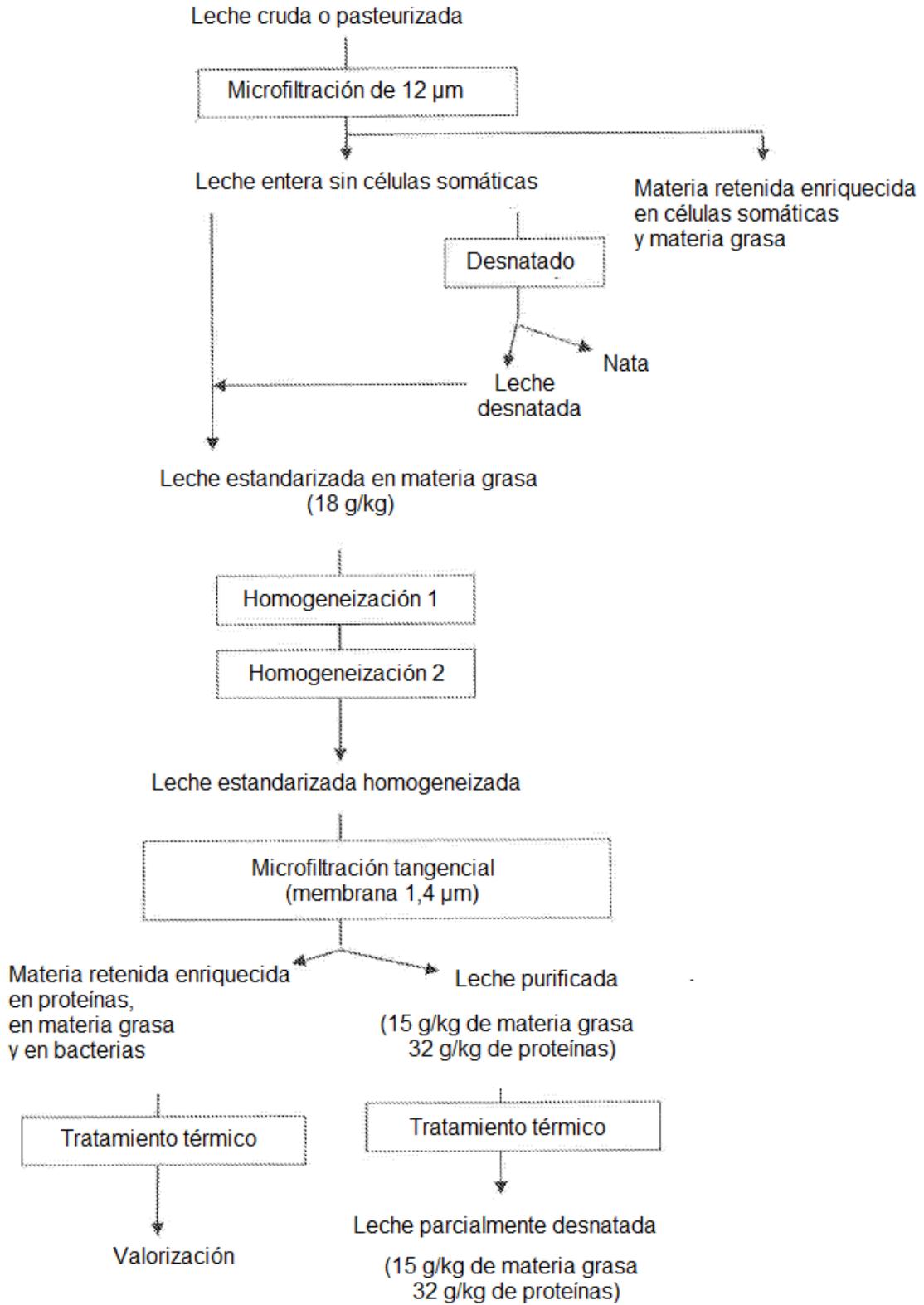


Fig. 6

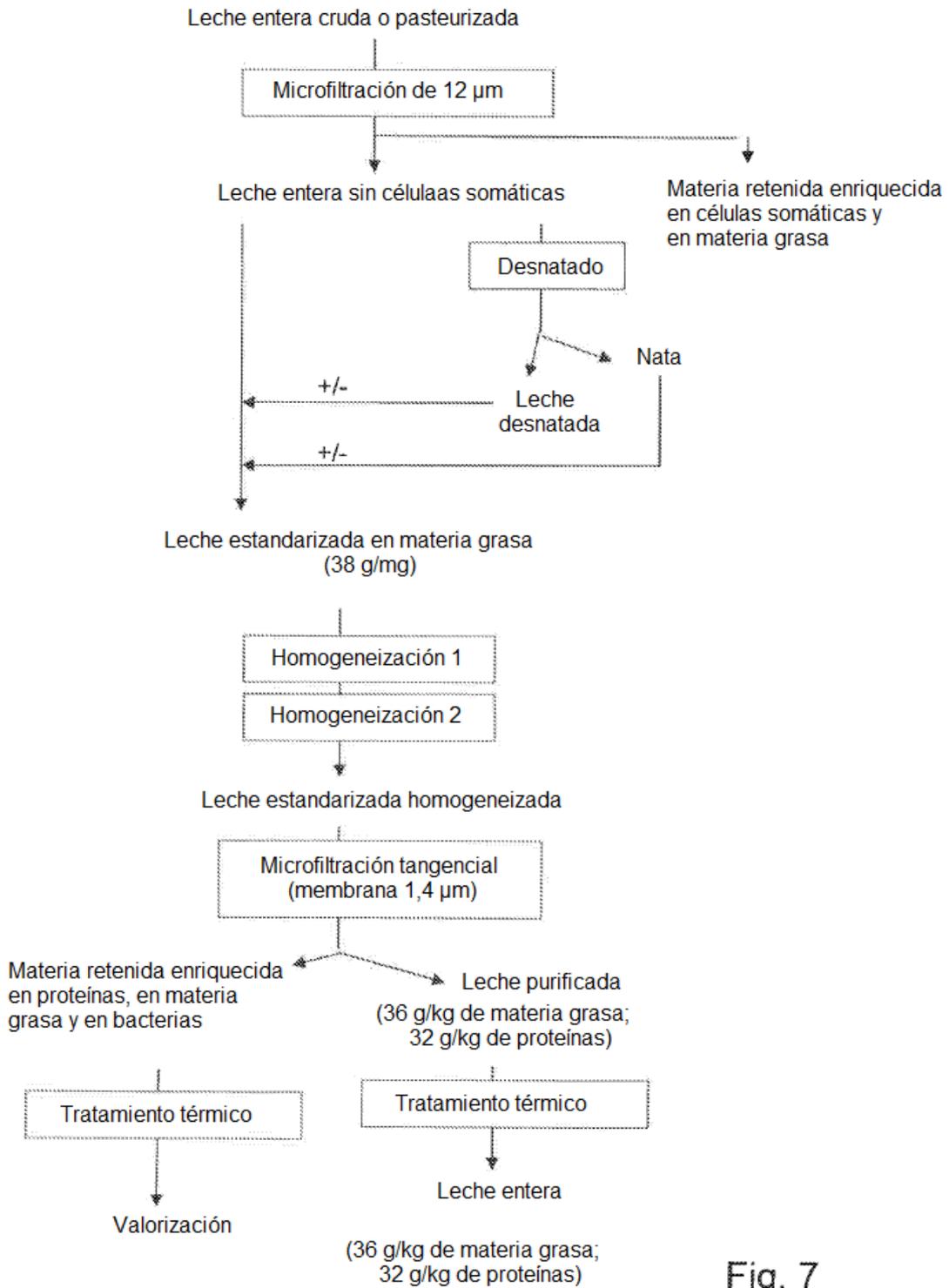


Fig. 7

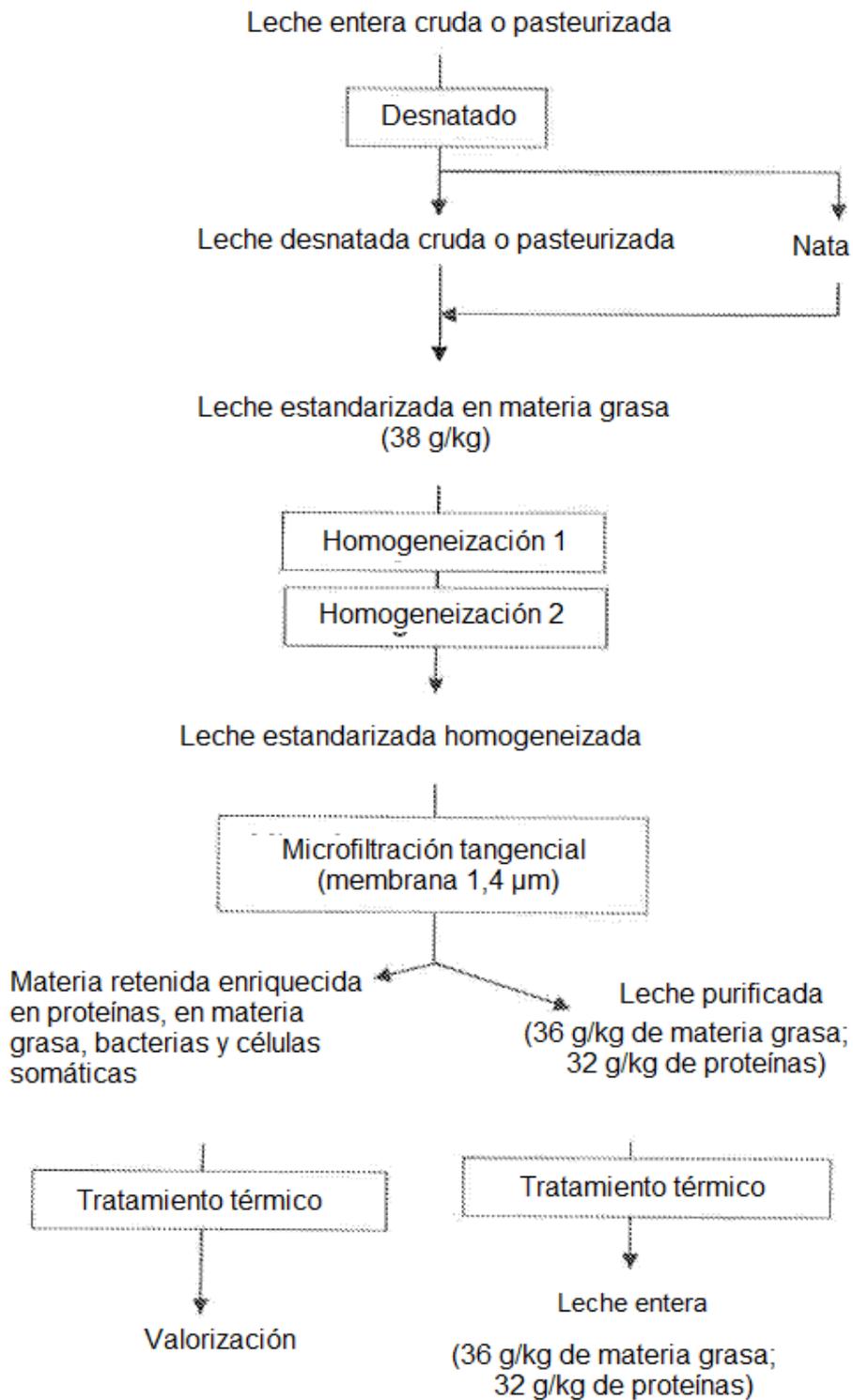


Fig. 8

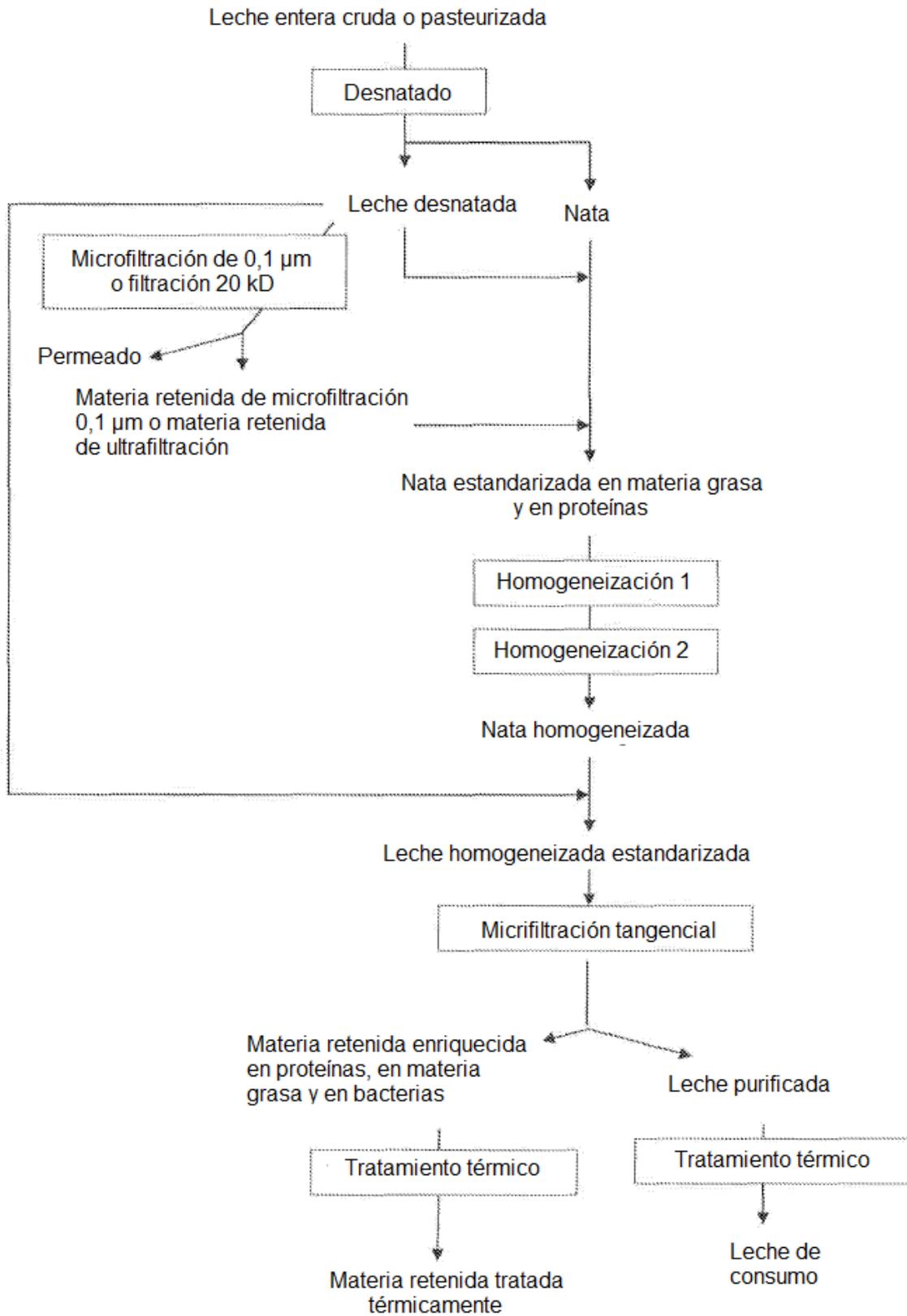


Fig. 9

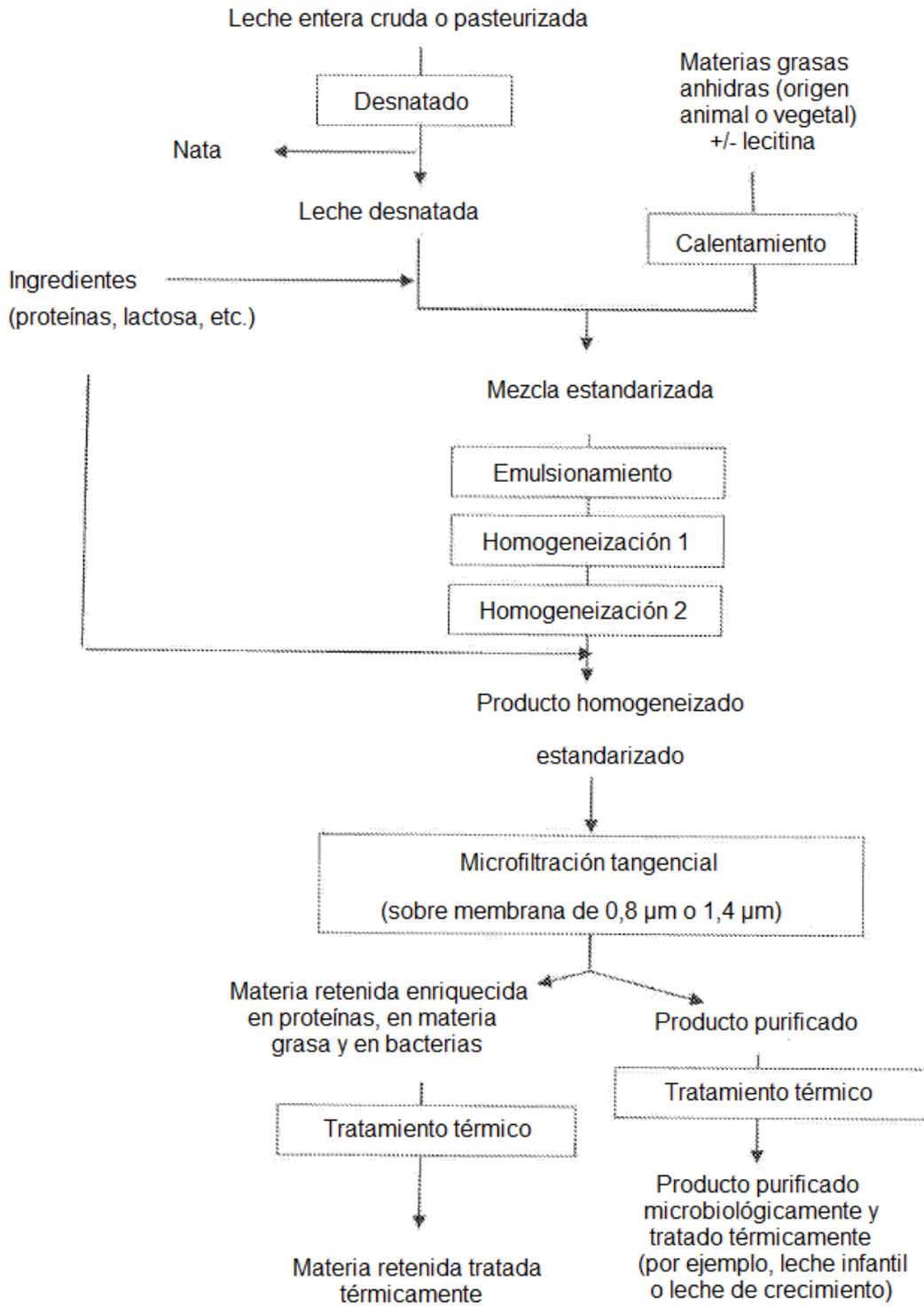


Fig. 10

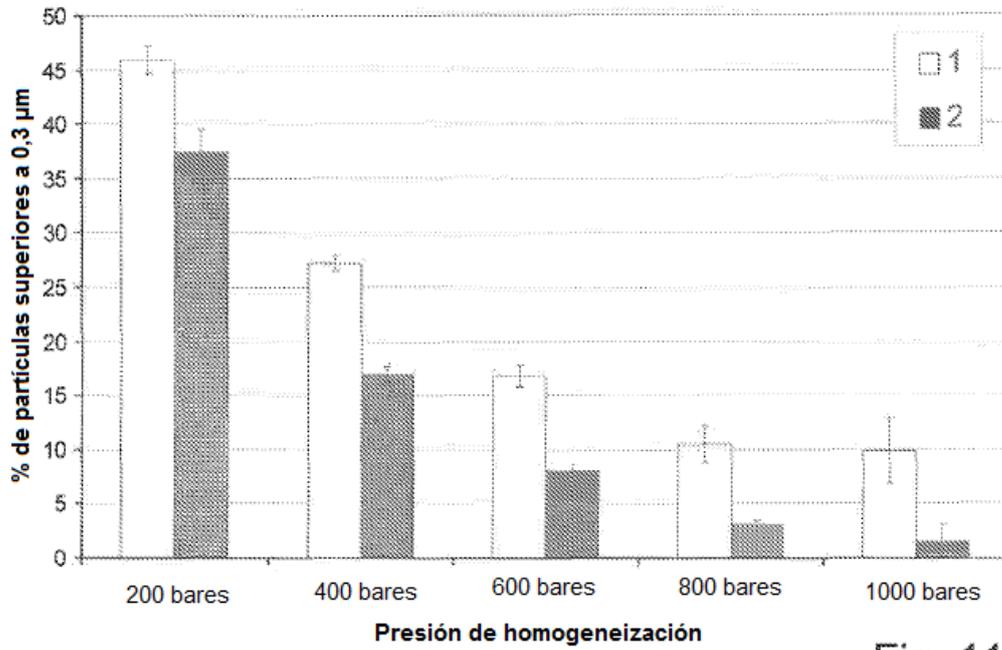


Fig. 11

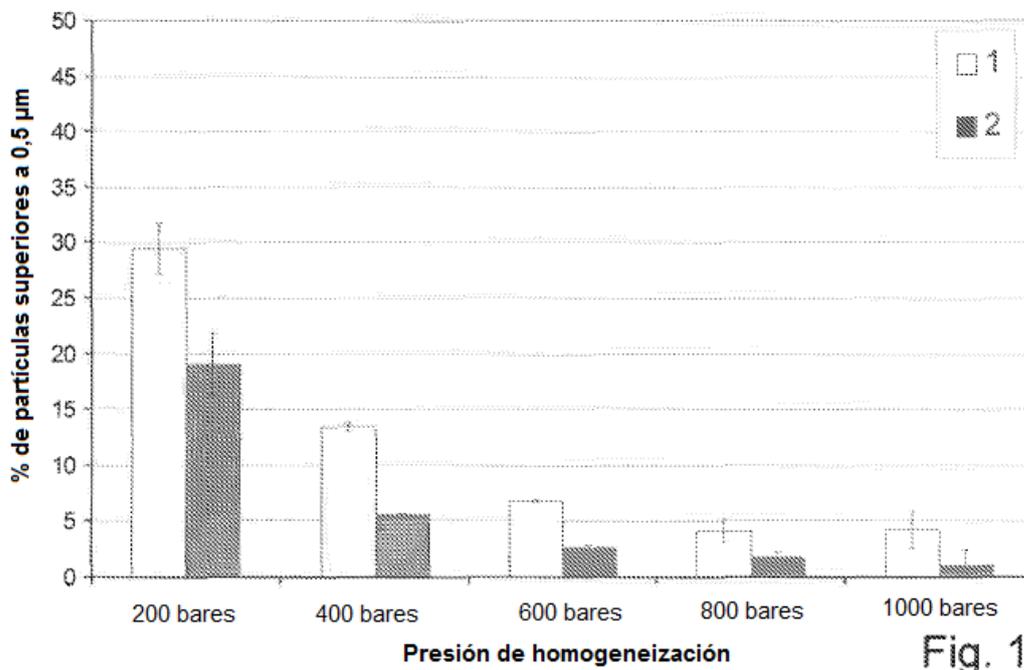


Fig. 12

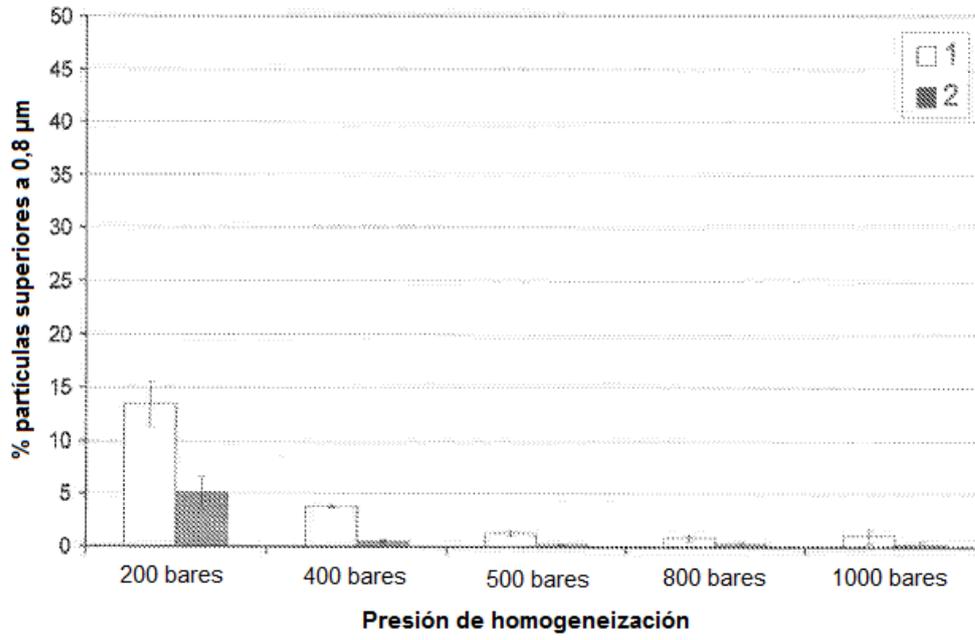


Fig. 13

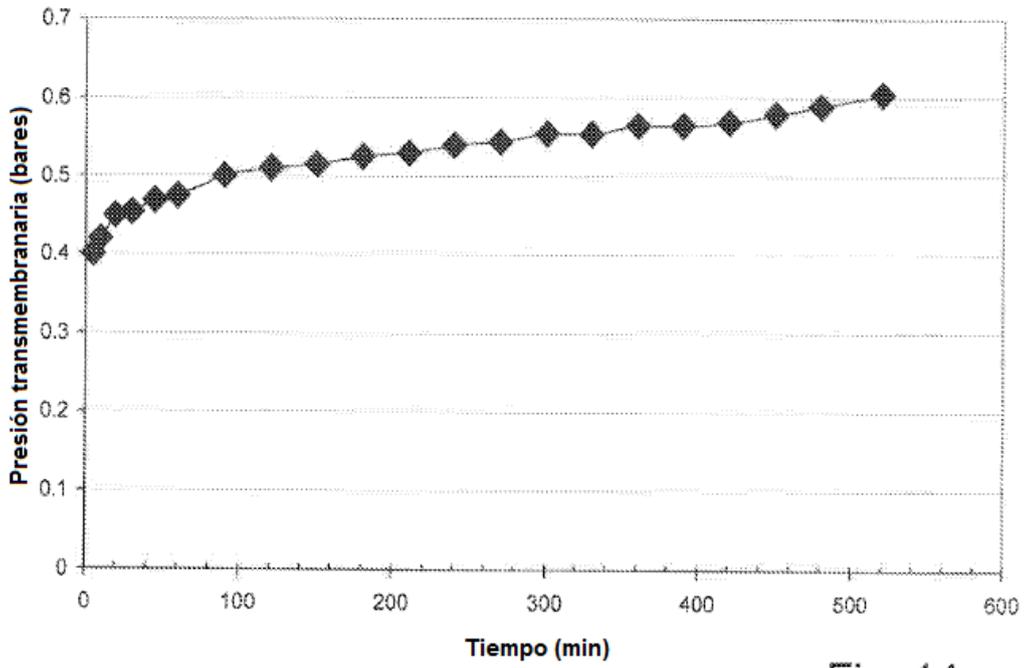


Fig. 14

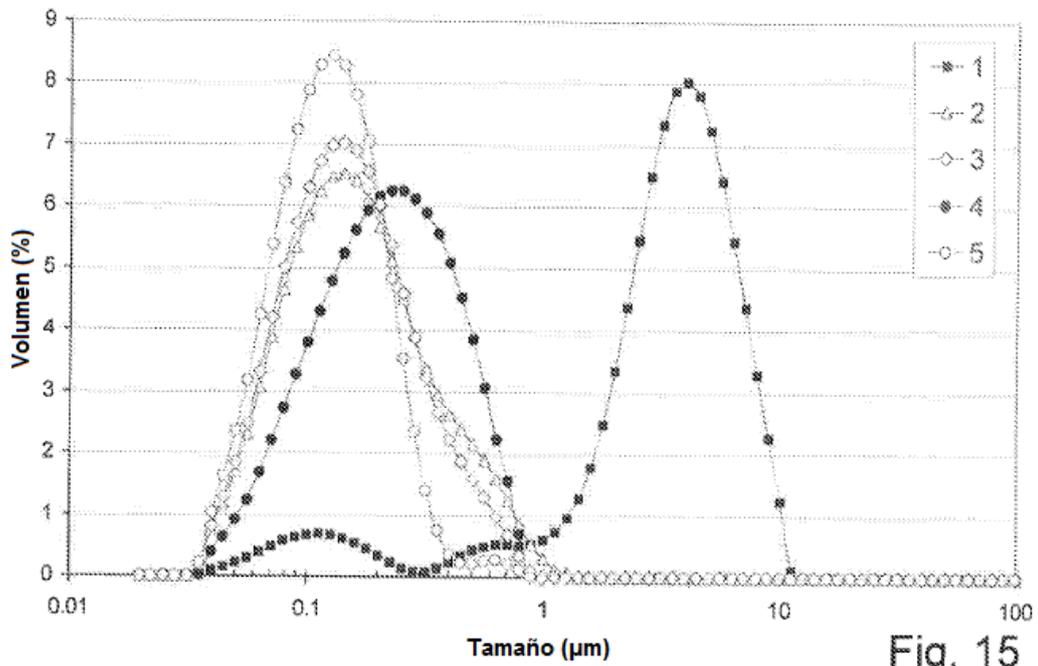


Fig. 15

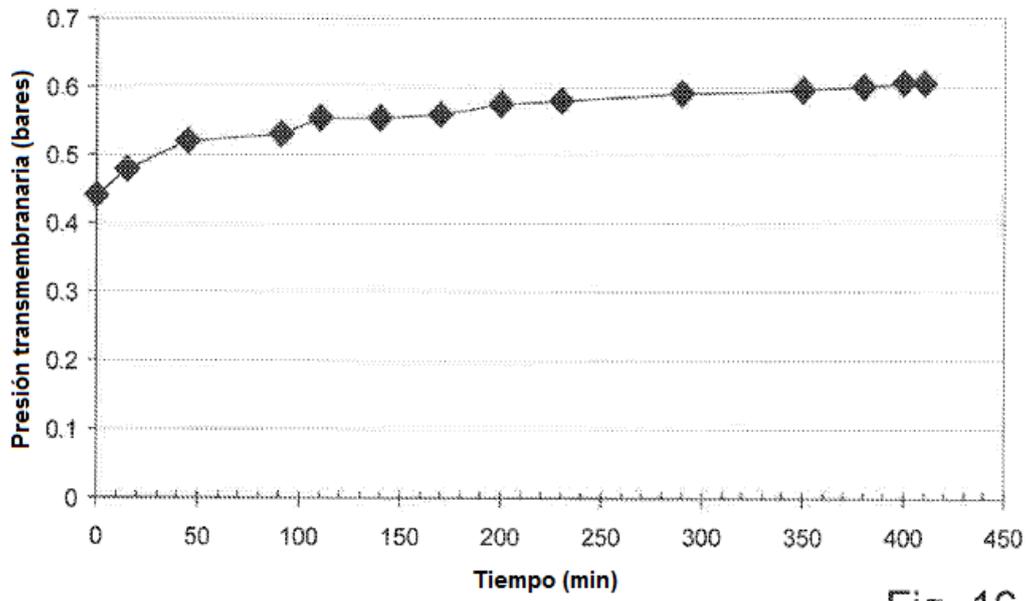


Fig. 16

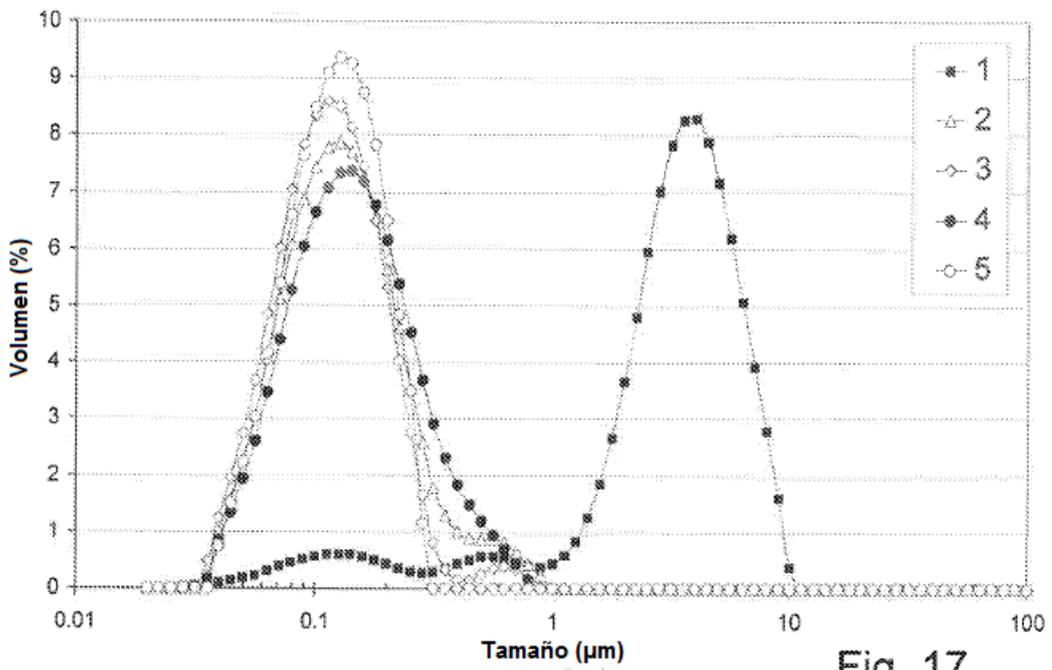


Fig. 17

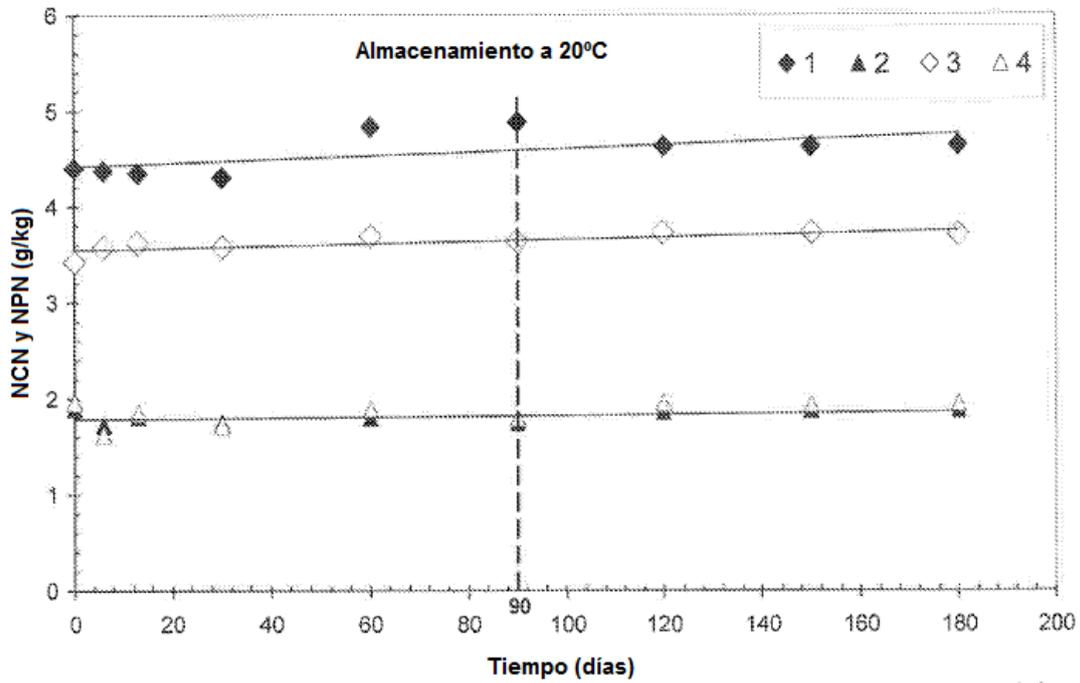


Fig. 18

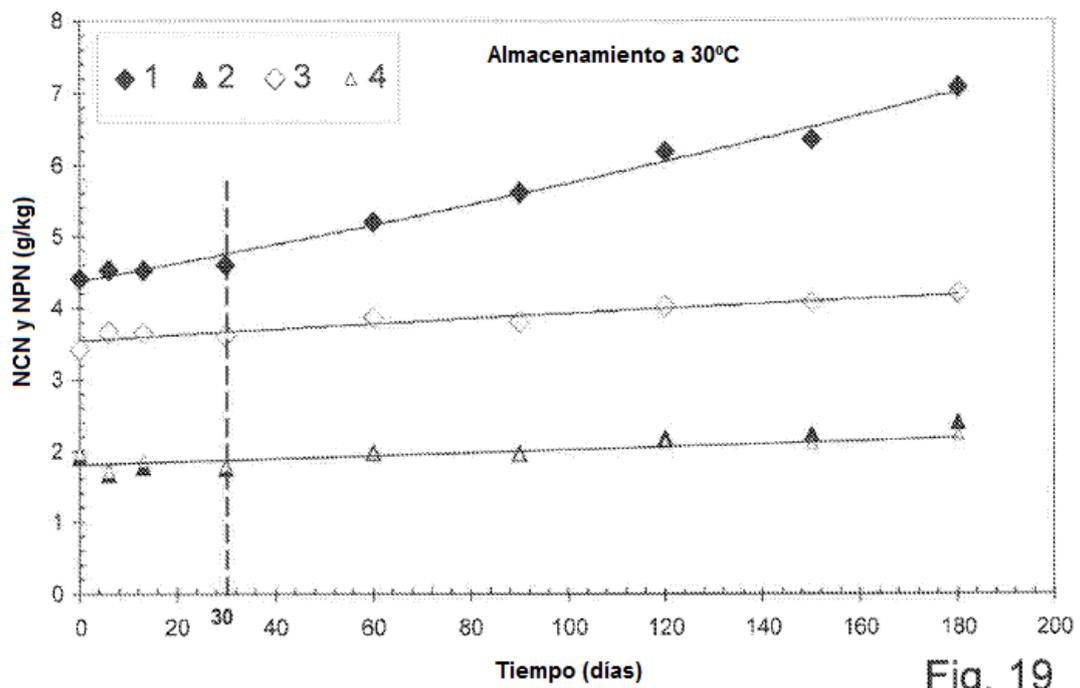


Fig. 19

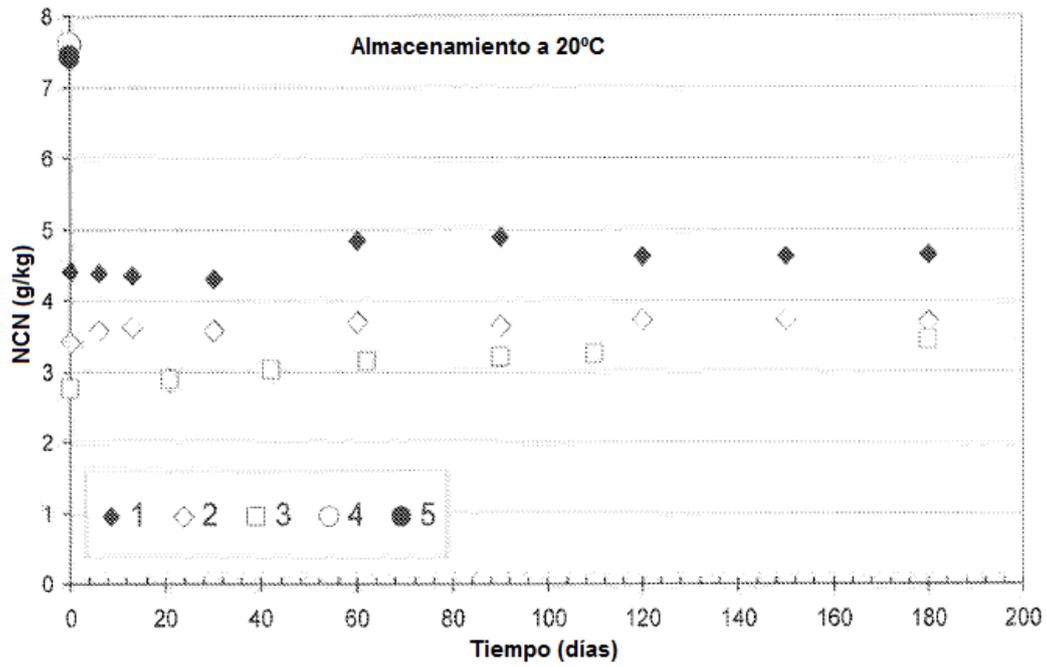


Fig. 20

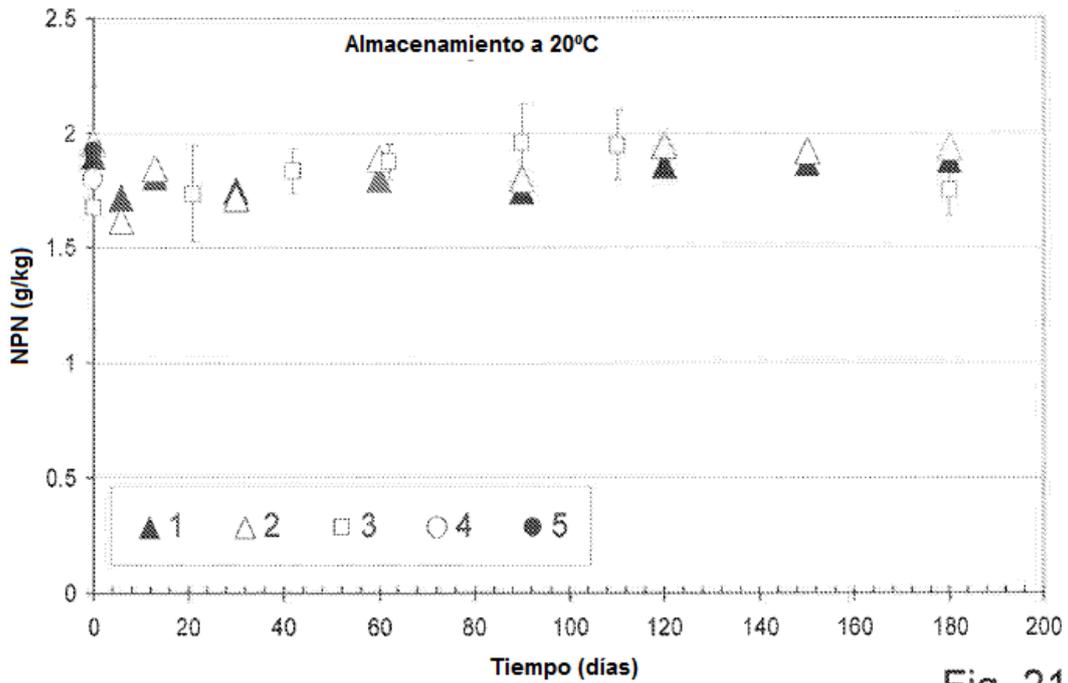


Fig. 21

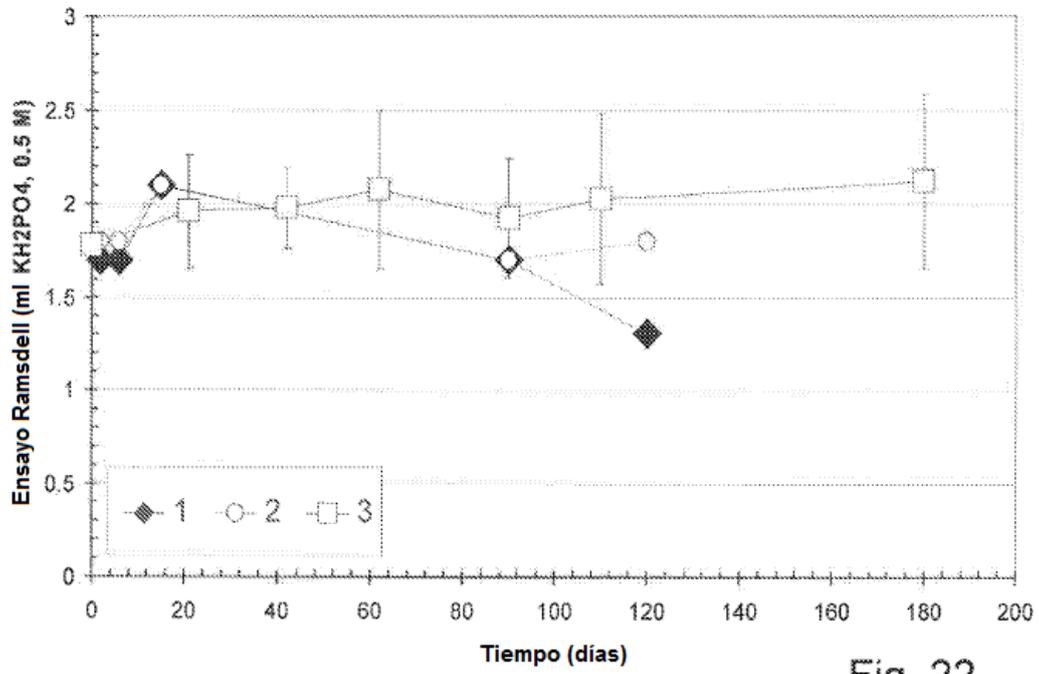


Fig. 22

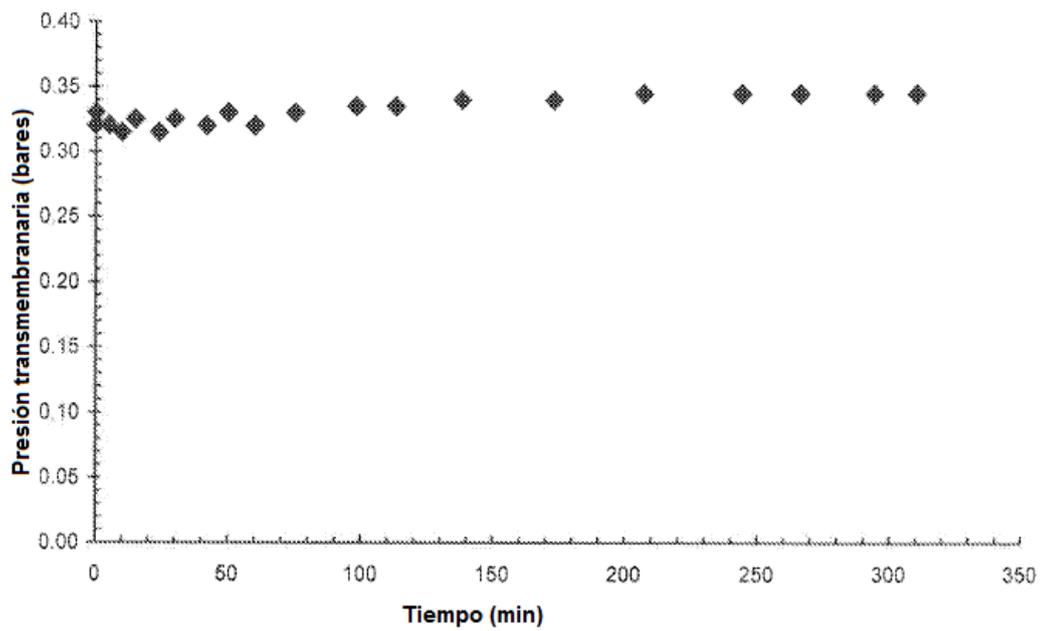


Fig. 23

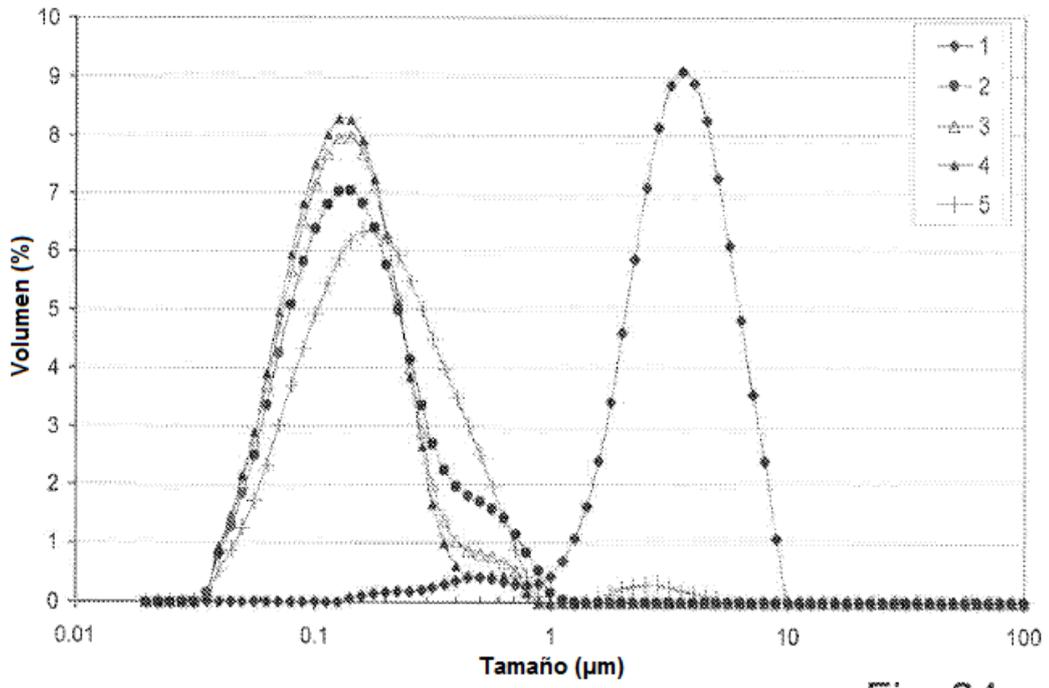


Fig. 24

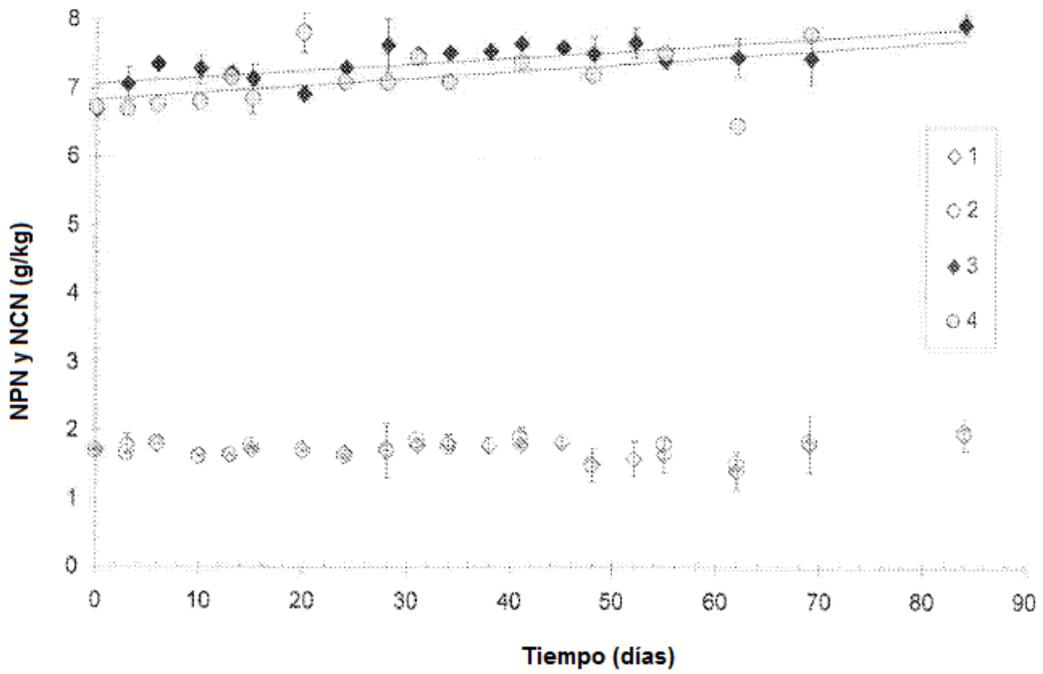


Fig. 25

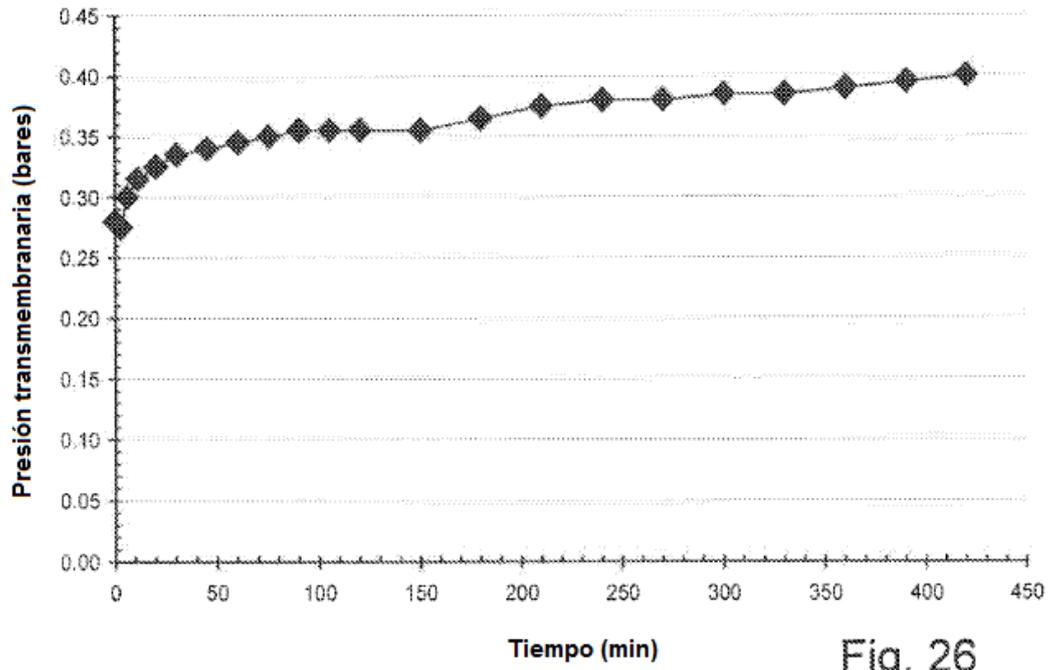


Fig. 26

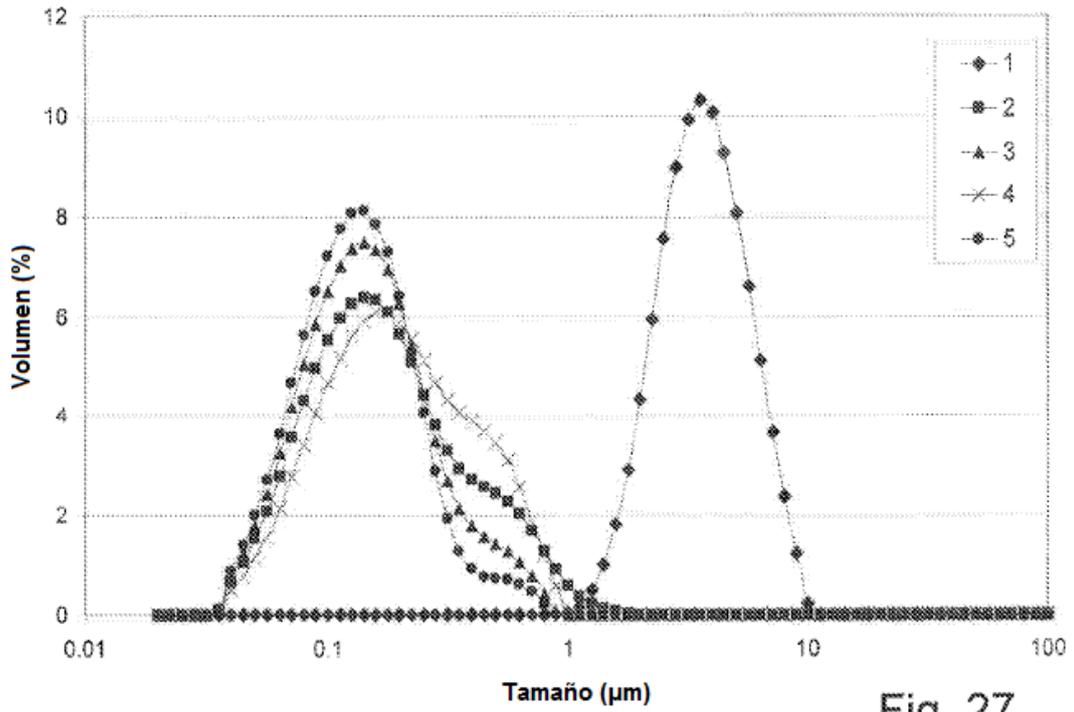
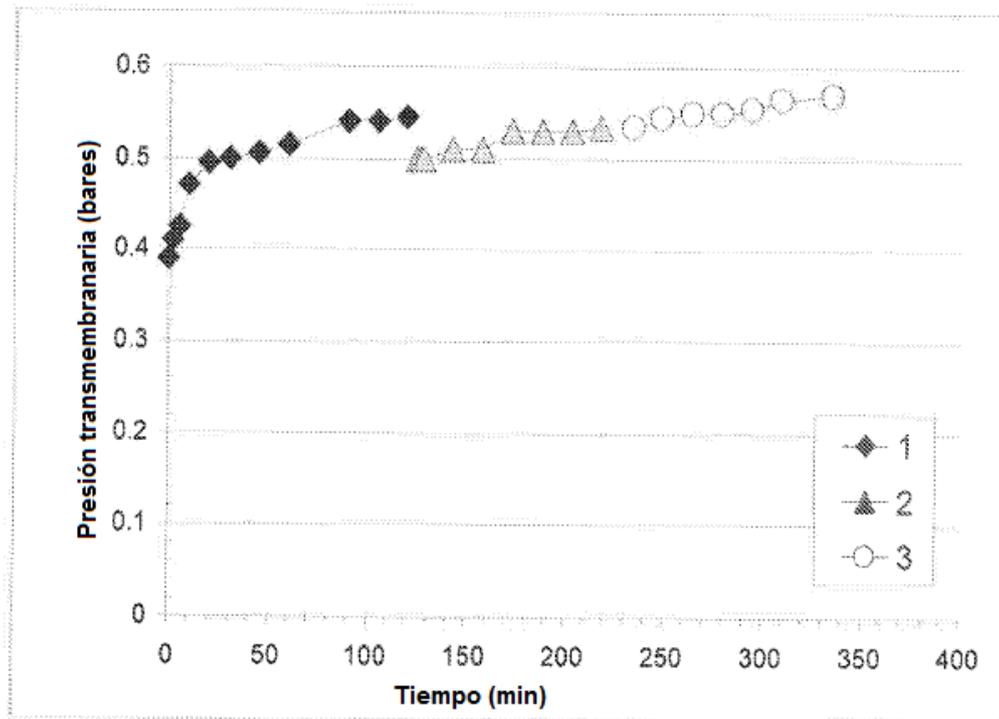
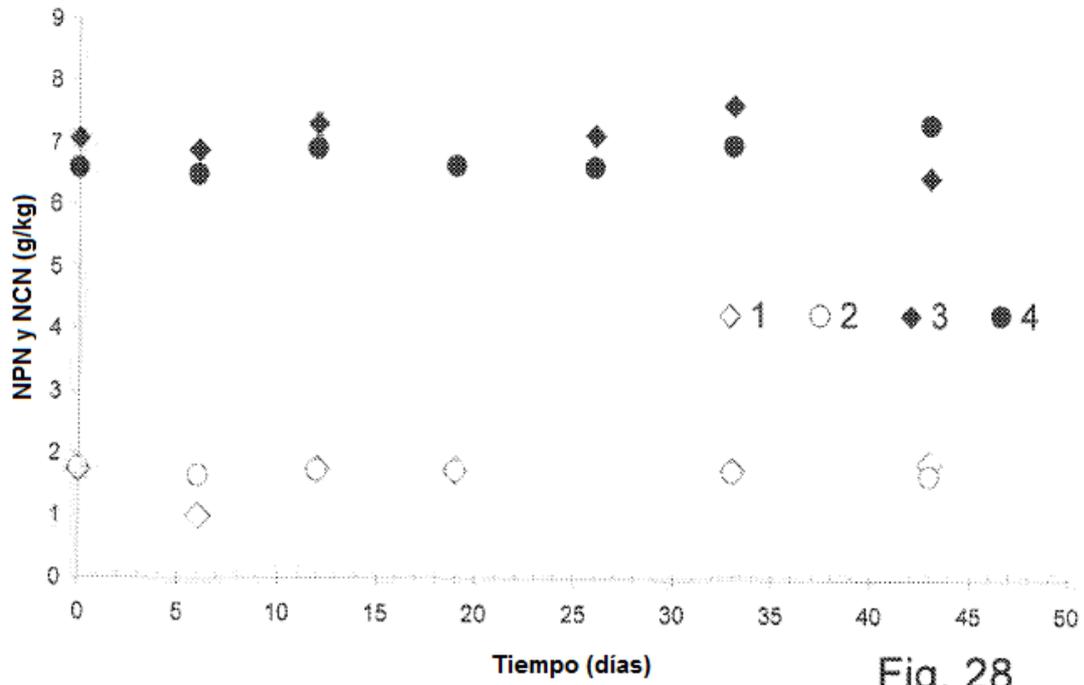


Fig. 27



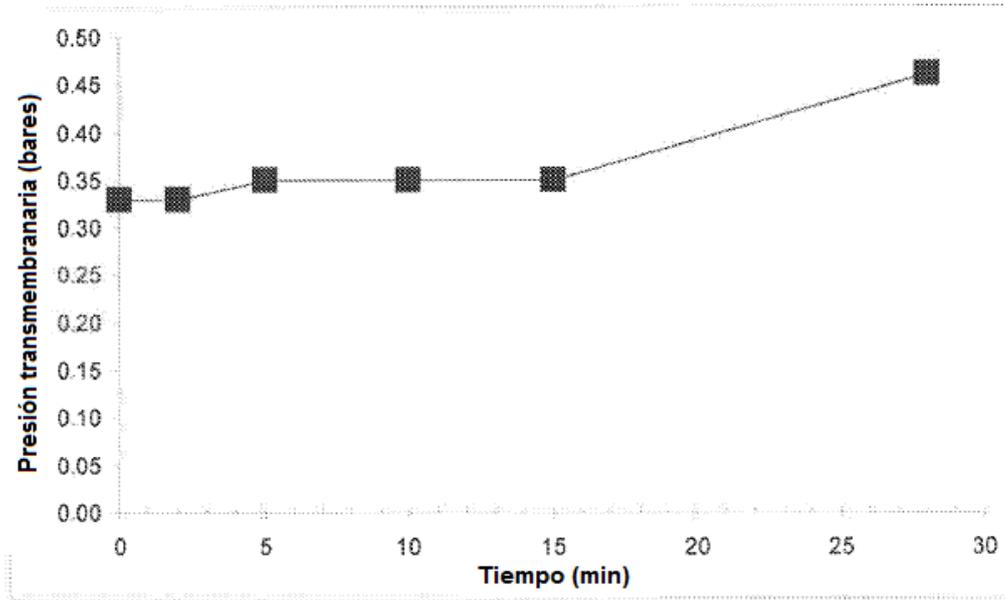


Fig. 30

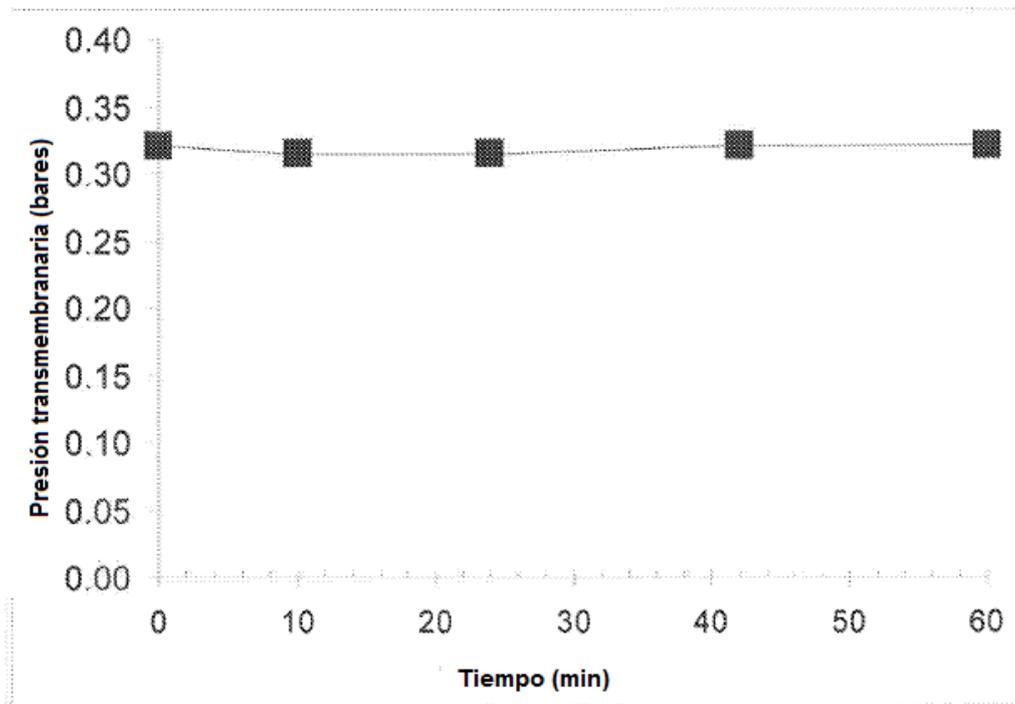


Fig. 31

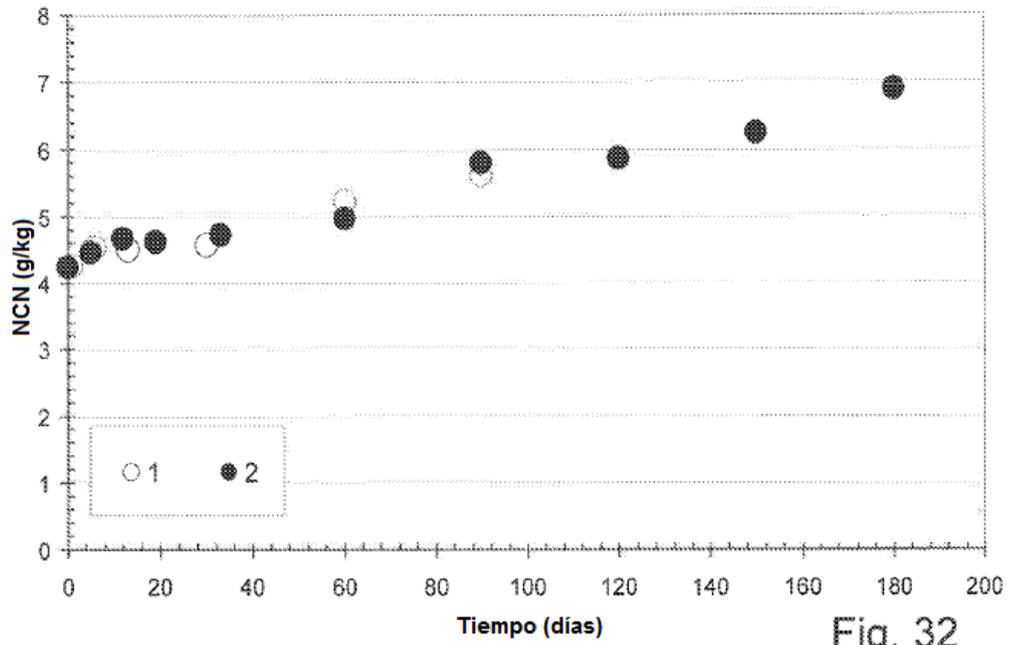


Fig. 32

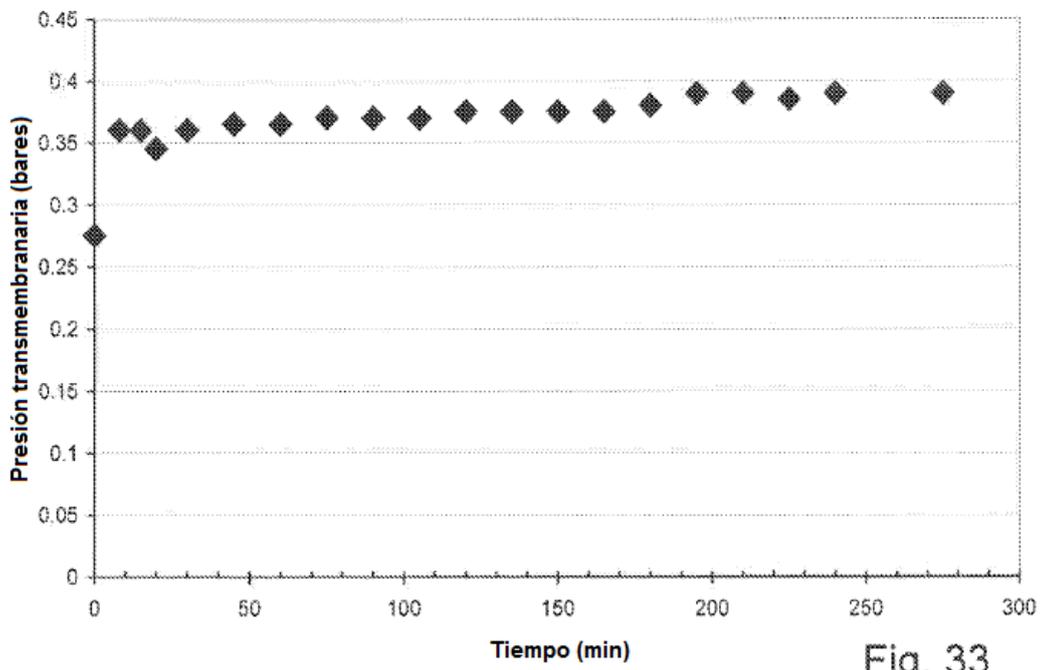
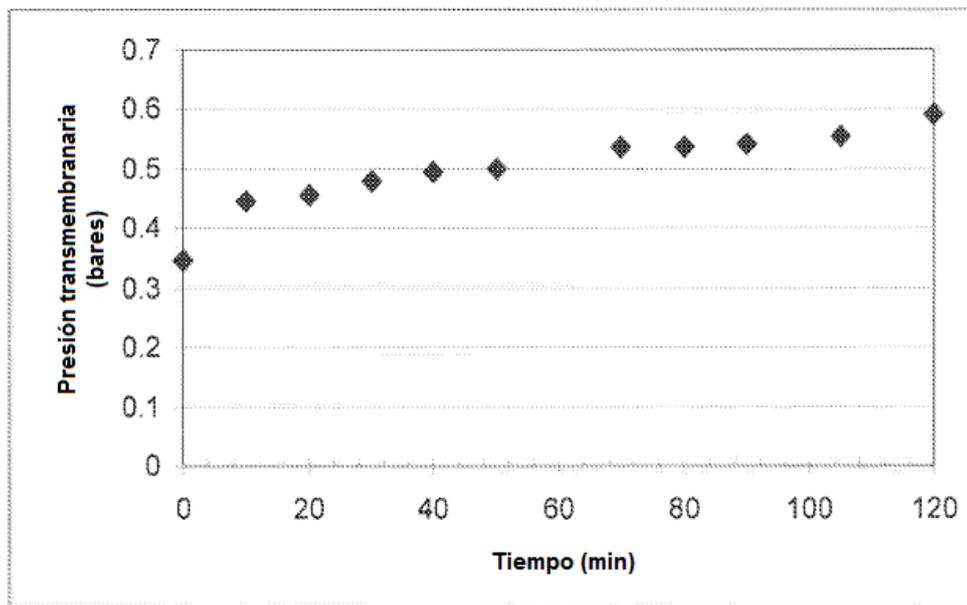
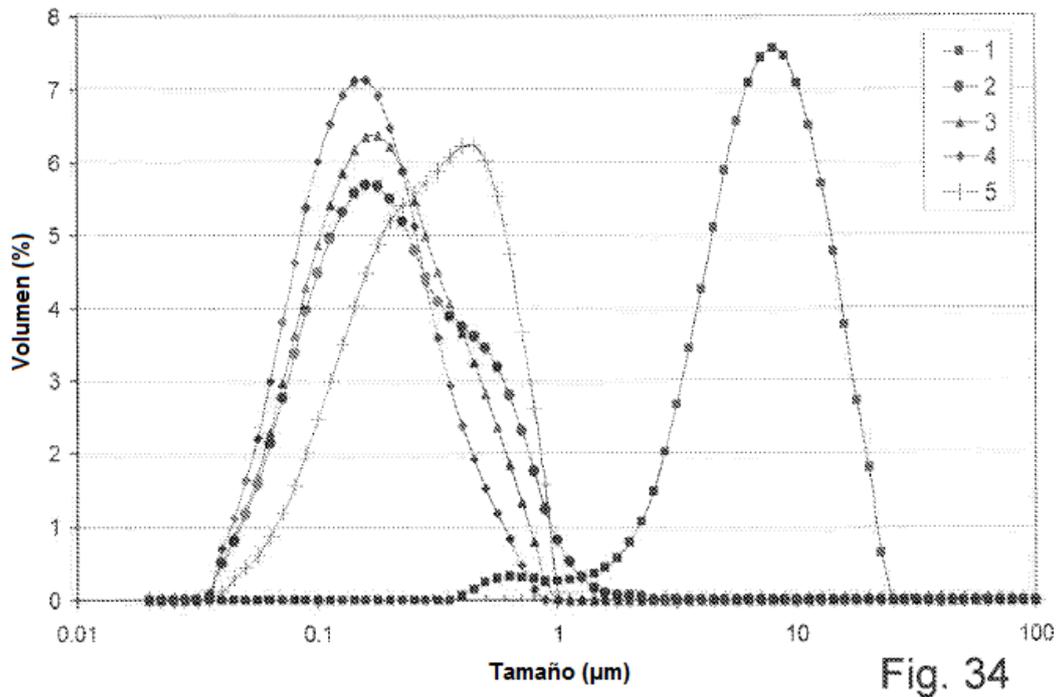


Fig. 33



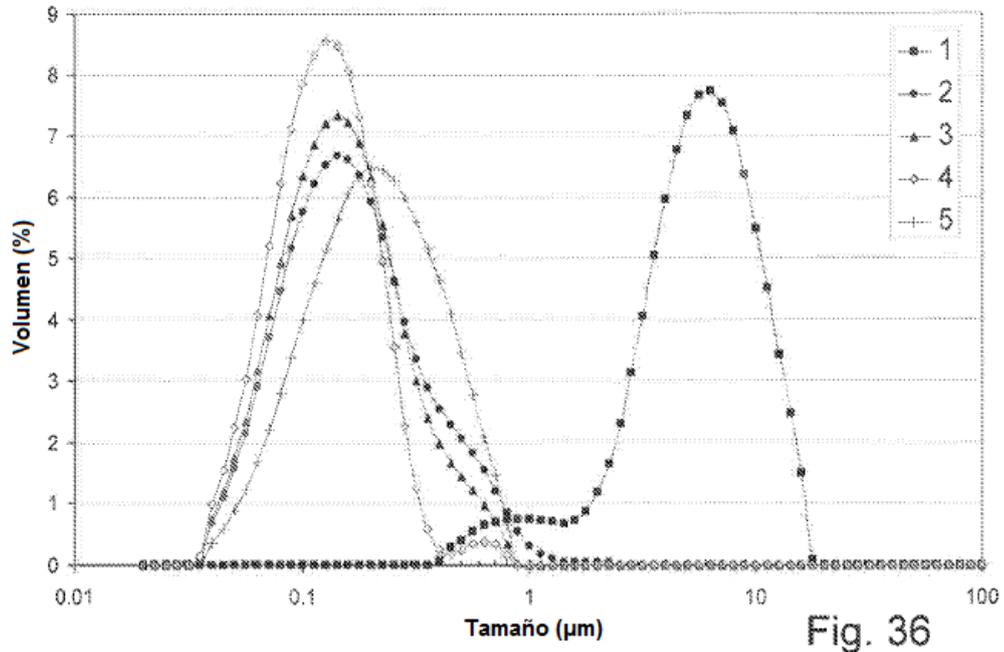


Fig. 36

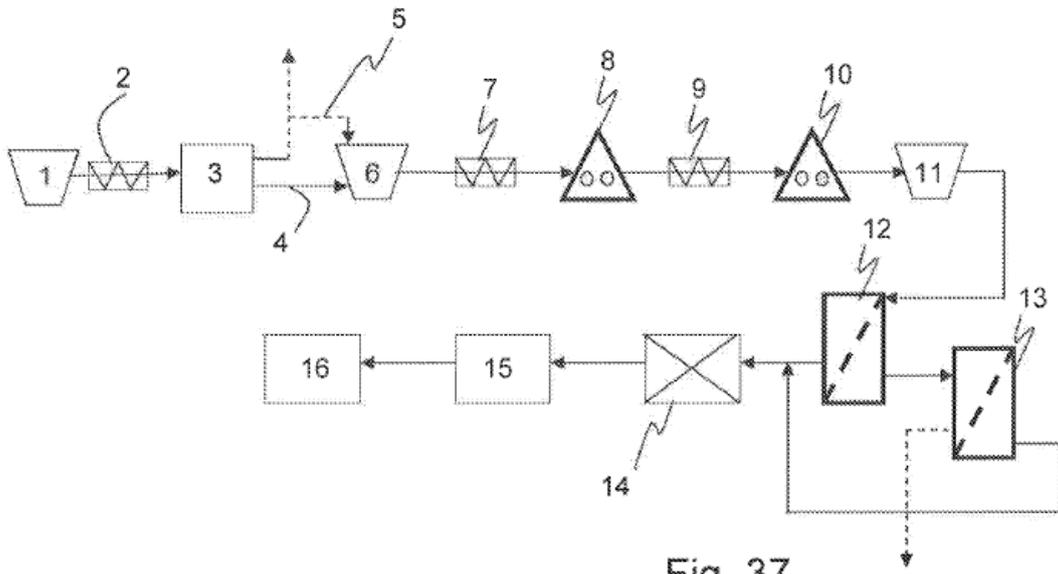


Fig. 37