



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 310 280**

51 Int. Cl.:
A23C 7/04 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04706899 .4**
96 Fecha de presentación : **30.01.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1589820**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.11.2005**

54 Título: **Extracción de compuestos a partir de productos lácteos.**

30 Prioridad: **31.01.2003 NZ 523920**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.01.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.01.2009

73 Titular/es: **Fonterra Co-Operative Group Limited**
9 Princes Street
Auckland, NZ

72 Inventor/es: **Fletcher, Andrew;**
Fletcher, Katrina;
Catchpole, Owen y
Grey, John

74 Agente: **Justo Vázquez, Jorge Miguel de**

ES 2 310 280 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).

ES 2 310 280 T3

DESCRIPCIÓN

Extracción de compuestos a partir de productos lácteos.

5 La presente invención se refiere a procedimientos para el tratamiento de productos lácteos y corrientes lácteas de proceso para producir lípidos y corrientes de proteína sustancialmente desgrasada. Más específicamente se refiere al uso de técnicas de extracción de fluido próximo al punto crítico para extraer lípidos a partir de productos lácteos líquidos y corrientes lácteas de proceso.

10 Antecedentes

Se sabe bien que los productos lácteos y las corrientes de proceso son una mezcla compleja de proteínas, lípidos, azúcares y minerales. En la actualidad, hay métodos limitados disponibles para extraer y refinar componentes específicos de tales corrientes, y es difícil la separación de lípidos a partir de proteínas en corrientes a base de suero.

15 La precipitación con ácido, la precipitación térmica, la precipitación enzimática, la separación por centrifugación, la filtración por membrana y el intercambio iónico son métodos bien conocidos de separación de componentes de la leche y subproductos de la leche. Sin embargo, estos métodos a menudo no son económicos y a menudo no producen el rendimiento deseado. Además, ciertos procedimientos de extracción necesitan realizarse en condiciones que alteran irreversiblemente las propiedades físicas de los componentes separados (por ejemplo, la desnaturalización de proteínas).

20 Los documentos WO 91/14377 y WO 92/08363 describen el uso de dióxido de carbono supercrítico y dióxido de carbono subcrítico para la extracción parcial de lípidos y precipitación fraccionaria de proteínas a partir de productos lácteos y corrientes de proceso respectivamente. Sin embargo, los rendimientos de lípidos son bajos usando estas técnicas, ambas publicaciones mostrando un éxito limitado y sin la extracción de fosfolípidos y esfingolípidos útiles.

El documento SU 1722327 da a conocer un método de procesamiento que comprende las etapas de:

- 30 - mezclar leche pasteurizada con dietiléter;
- hacer pasar la mezcla a través de un intercambiador de calor y calentar hasta 40-60°C;
- 35 - hacer pasar la mezcla a través de una(s) boquilla(s) de pulverizador dentro de un evaporador;
- evaporar el dietiléter de la leche y recuperar el dietiléter usando un compresor; y
- separar y recuperar la leche y grasa de leche.

40 Según la presente invención, se proporciona un método para tratar un producto lácteo o una corriente láctea de proceso que comprende al menos las etapas de:

- 45 a) poner en contacto dicho producto lácteo o corriente láctea de proceso con un disolvente a base de éter que es gaseoso a temperatura ambiente y que es parcialmente miscible con agua, estando dicho disolvente a base de éter a una temperatura y presión próximas al punto crítico, para producir una fase de fluido próximo al punto crítico que contiene lípidos;
- 50 b) separar la fase de fluido próximo al punto crítico del producto lácteo o la corriente láctea de proceso para producir un producto lácteo o una corriente láctea de proceso sustancialmente desgrasado; en el que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso tiene un contenido en humedad superior al 75%; y
- c) reducir la presión de la fase de fluido próximo al punto crítico para recuperar los lípidos.

Preferiblemente, el disolvente está a una temperatura de entre 10 grados Celsius y 70 grados Celsius.

55 Ventajosamente, el disolvente está a una temperatura de entre 40 grados Celsius y 60 grados Celsius.

Preferiblemente, el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se selecciona de corrientes a base de suero, subproductos de grasa de leche, leche y nata.

60 De manera conveniente, el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se selecciona de los siguientes: suero, materiales retenidos concentrados de proteína de suero, subproductos aislados de proteína de suero, subproductos de mantequilla, subproductos de grasa de leche anhidra y efluentes lácteos que contienen lípidos.

65 Ventajosamente, el producto lácteo o la corriente láctea de proceso es un líquido.

Preferiblemente, el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se ha descongelado a partir de un estado congelado.

ES 2 310 280 T3

Ventajosamente, el producto lácteo o la corriente de proceso se ha reconstituido a partir de un polvo.

Ventajosamente, el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente de proceso es superior al 75% e inferior al 99%.

Preferiblemente, el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente de proceso está entre el 80% y el 90%.

Más preferiblemente, el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente de proceso está entre el 85% y el 90%.

Ventajosamente, el disolvente es dimetiléter.

De manera conveniente, el disolvente se mezcla con agua a o por debajo de la solubilidad del agua en dimetiléter antes de poner en contacto la mezcla de disolvente y el agua con el producto lácteo o la corriente láctea de proceso.

Ventajosamente, el disolvente está a una presión de al menos la presión de vapor a la temperatura de extracción.

Ventajosamente, el producto lácteo o la corriente láctea se pone en contacto con el disolvente de una manera continua.

Breve descripción de las figuras

La figura 1 es una gráfica que indica la región de funcionamiento preferida de dimetiléter con respecto a su presión y temperatura.

La figura 2 es un diagrama esquemático del equipo usado para la extracción próxima al punto crítico a partir de sólidos.

La figura 3 es un diagrama esquemático del equipo usado para la extracción próxima al punto crítico a partir de líquidos.

Figura 4 es un cromatograma de HPLC de un extracto típico que muestra que se extraen fosfolípidos y esfingolípidos.

Descripción detallada

Cada sustancia tiene su propio punto "crítico" al que el estado de vapor y líquido de la sustancia se vuelven idénticos. Por encima pero cerca del punto crítico de una sustancia, la sustancia está en un estado fluido que tiene propiedades tanto de líquidos como de gases. El fluido tiene una densidad similar a un líquido, y viscosidad y difusibilidad similares a un gas. El término "supercrítico" tal como se usa en el presente documento se refiere a la región de presión - temperatura por encima del punto crítico de una sustancia. El término "subcrítico" se refiere a la región de presión - temperatura igual o por encima de la presión de vapor para el líquido, pero por debajo de la temperatura crítica.

La expresión "próximo al punto crítico" tal como se usa en el presente documento abarca tanto las región supercrítica como subcrítica, y se refiere a presiones y temperaturas próximas al punto crítico.

Tal como se indicó anteriormente, los productos lácteos y las corrientes lácteas de proceso son una mezcla compleja de proteínas, lípidos, azúcares y minerales. Los lípidos útiles presentes en los productos lácteos y las corrientes lácteas de proceso incluyen fosfolípidos y esfingolípidos.

Los fluidos próximos al punto crítico son disolventes útiles para lípidos. Se sabe que el CO₂ supercrítico se usa para extraer lípidos neutros, pero en combinación con etanol como codisolvente, también puede usarse para extraer algunas clases de fosfolípidos. Se sabe que el propano es un disolvente adecuado para extraer fosfolípidos y lípidos neutros.

Se ha usado anteriormente DME en la extracción de sabores y aromas a partir de materiales alimenticios sólidos (véase Yano *et al* documentos US 4.069.351 y US 4.136.065), lípidos a partir de yema de huevo cruda (Yano *et al*, documento US 4.157.404) y polvo de huevo seco (Yano *et al*, documento US 4.234.619). En el documento US 4.157.404, Yano declara que aunque puedan extraerse lípidos a partir de yema de huevo cruda (contenido en humedad del 75%), se desnaturalizan las proteínas. En el documento US 4.234.619; Yano declara que las proteínas no se desnaturalizan si la yema de huevo está seca, pero solamente puede extraerse parcialmente los fosfolípidos.

Se ha encontrado que la desnaturalización de la proteína obtenida mediante técnicas de extracción con DME puede reducirse o eliminarse garantizando que el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente láctea de partida es superior al 75%; y que la adición de agua al DME como codisolvente, para producir que el agua se extraiga conjuntamente con los lípidos, ayuda en la prevención de la desnaturalización.

ES 2 310 280 T3

También se ha encontrado que los tiempos de contacto cortos que resultan de los procedimientos continuos de la invención (entre el disolvente y el producto lácteo o la corriente láctea) minimiza la desnaturalización de proteínas obtenidas mediante técnicas de extracción con DME.

5 El tiempo de contacto es el espacio de tiempo que la corriente láctea o producto lácteo se expone al disolvente en condiciones próximas al punto crítico.

10 En una realización preferida de la invención, la corriente láctea o el producto lácteo se pone en contacto con el disolvente en un dispositivo de contacto adecuado para el procesamiento continuo, tal como, pero sin limitarse a, una boquilla, una mezcladora estática o un contactador de membrana porosa. Por tanto, la separación de la corriente láctea (o producto lácteo) desgrasada y el disolvente próximo al punto crítico puede tener lugar inmediatamente después del dispositivo de contacto, y por tanto el tiempo de contacto es del orden de segundos.

15 El tratamiento de productos lácteos y corrientes lácteas con contenidos en humedad superiores al 75% de una manera continua con tiempo de contactos cortos permite la extracción de lípidos (incluyendo fosfolípidos y esfingolípidos), dejando una corriente acuosa que contiene proteínas lácteas solubles, sustancialmente desgrasadas.

20 La figura 1 muestra la curva de presión de vapor para DME, y específicamente puede usarse para determinar el estado del DME a una combinación de presión y temperatura dada. Usando esta información, pueden crearse condiciones adecuadas de modo que se logre el máximo rendimiento.

Las figuras 2 y 3 son diagramas esquemáticos del equipo que puede usarse para las técnicas de extracción próxima al punto crítico, y se describen en detalle adicional en los ejemplos.

25 La figura 4 es un cromatograma de HPLC de un extracto lipídico (véase el ejemplo 5, CPS tipo B con alto contenido en grasa). La clave para los picos numerados es la siguiente: 1-3, lípidos neutros (71% de extracto); 4-8, desconocidos; 9-10, fosfatidilinosítoles; 11-12, desconocidos; 13-15, fosfatidiletanolamina; 16-20, desconocidos; 21, fosfatidilcolina; 22-24, esfingomielinas.

30 El intervalo de temperatura deseado, especialmente para corrientes lácteas que contiene proteínas de suero, es aproximadamente de 40 a 60 grados Celsius. Por encima de este intervalo estrecho, se sabe que las proteínas de suero se despliegan de manera reversible en disolución, y se presupone que este desplegamiento permite que el disolvente próximo al punto crítico acceda a los lípidos para permitir la extracción.

35 El funcionamiento fuera de la región preferida es posible pero conduce a rendimientos bajos y a la congelación de los productos para temperaturas inferiores al intervalo deseado, y a la desnaturalización térmica de proteínas para temperaturas superiores al intervalo deseado.

40 Los métodos de la presente invención producen tanto extractos lipídicos como corrientes de proteínas acuosas sustancialmente desgrasadas. Los extractos lipídicos pueden usarse en, por ejemplo, alimentos sanos, complementos dietéticos, agentes farmacéuticos y cosméticos, mientras que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso (corrientes de proteínas sustancialmente desgrasadas) agotado puede usarse en, por ejemplo, productos lácteos (por ejemplo quesos, bebidas y alimentos fermentados, helado, chocolate), barras nutritivas y alimentos horneados.

45 Ejemplos

Método y aparato - Extracción a partir de sólidos lácteos

50 El aparato para la extracción de sólidos a base de productos lácteos (especialmente polvo de concentrado de proteína de suero (CPS)) en una escala piloto se muestra en la figura 2. Hay dos recipientes de extracción para permitir la extracción de sólidos semicontinua, y bombas separadas para comprimir los disolventes y vaciar y cargar los recipientes de extracción. Se añadió una masa medida de polvo de CPS a una cesta de acero inoxidable que tiene placas porosas en cada extremo para permitir el paso de disolvente, pero no del polvo. Entonces se añadió la cesta y el polvo a uno de los recipientes de extracción, EX1 o EX2, que entonces se cargó a la presión de cilindro con disolvente próximo al punto crítico. Se comprimió CO₂, propano o DME hasta la presión de funcionamiento mediante una bomba de aire dirigido (MP3 para CO₂, MP2 para propano o DME) y entonces se calentó hasta la presión de funcionamiento en HX2. Entonces se hizo pasar el disolvente hacia abajo a través de uno de los recipientes de extracción (normalmente EX1) mediante las válvulas VDF1, VO1, VI1, VDF2 antes de hacer pasar a través de los recipientes 1 y 2 de separación para depositar el extracto (o recipiente 2 de separación solamente para propano y DME).

60 Entonces se recicló el disolvente de nuevo a la bomba mediante el intercambiador HX4 de calor, el colector WT1 de agua y subenfriador HX1 o HX5. Se tomaron muestras de extracto a intervalos de tiempo regulares de las válvulas EV1 y EV2 como era apropiado. Se llevaron a cabo las extracciones durante 90-120 minutos.

65 *Método y aparato - Extracción a partir de líquidos lácteos*

El aparato de 10 litros para el fraccionamiento de componentes lácteos líquidos, especialmente concentrados de proteína de suero (CPS) usando CO₂, dimetiléter (DME) o propano se muestra en la figura 3 y se describe con refe-

ES 2 310 280 T3

rencia a esta figura. Se describe el aparato para el uso de DME como disolvente y CPS como componente lácteo. Se suministró el DME al aparato mediante cilindros CYL1 y 2 de suministro de líquido. Entonces se hizo pasar el DME a través de un colector WT1 de agua frío y condensador/subenfriador HX1 antes de comprimirse a la presión de funcionamiento mediante una bomba MP1 de desplazamiento positivo. Entonces se hizo pasar el disolvente comprimido a través del intercambiador HX2 de calor con precalentador y entonces dentro del recipiente EX1 de extracción mediante un tubo de bajada vertical, o tubo de bajada y mezcladora estática. Simultáneamente, se retiró el CPS de un tanque LT1 de suministro montado sobre una balanza B1, entonces se comprimió hasta la presión de funcionamiento mediante una bomba LP1 de pistón y entonces se hizo pasar a través de un intercambiador de calor (no mostrado). Entonces se mezcló el CPS de alta presión con el disolvente en una junta transversal justo antes del tubo de bajada/mezcladora estática que se hizo pasar dentro del EX1. También pudo añadirse codisolvente (agua) en la junta transversal. Esto se suministró a partir de otro tanque de almacenamiento (no mostrado) y se comprimió hasta la presión de funcionamiento usando la bomba LP2. Se pulverizó el CPS parcial o totalmente desgrasado en el fondo del recipiente y se recuperó a intervalos de tiempo regulares a partir de la base de EX1 mediante la válvula EV3.

Se añadió agua a la base de recipiente en algunos experimentos para proporcionar un “depósito de agua” para pulverizar el CPS dentro. A medida que se recuperó el CPS a través de la válvula EV3, se redujo la presión de la disolución desde la presión de funcionamiento hasta la presión de cilindro. Entonces se recuperó la disolución de CPS de la base del recipiente SV3 de recogida auxiliar, mientras que se recicló el DME que se evaporó de la disolución mediante la válvula RV3 y se volvió a comprimir mediante el compresor RC1. Se disolvieron los lípidos y alguna agua en el DME, y dejó el recipiente de extracción mediante una salida próxima a la parte superior del recipiente y entonces se hizo pasar a través de la válvula BV1 para evitar el primer recipiente de separación. Entonces se hizo pasar la disolución rica en DME combinada a través de un regulador BPR1 de contrapresión, en el que la presión se redujo hasta la presión de cilindro (~5-6 bares), y entonces a través del intercambiador HX3 de calor y dentro del recipiente SV2 de separación encamisado. Se precipitó el extracto (lípidos y agua) dentro de este recipiente. Se recuperó este extracto a intervalos de tiempo regulares mediante despresurización adicional a través de la válvula EV5 dentro de un separador SV5 adicional para evitar la congelación del extracto, y entonces a través de la válvula VV5. Se encontró que el separador adicional era innecesario para el DME, debido al alto contenido en agua del extracto. La mayor parte del DME salió por la parte superior del SV2 y entonces se hizo pasar a través de un medidor FM1 de flujo másico Coriolis, un intercambiador HX4 de calor con enfriador antes de reciclarse de nuevo al MP1 mediante el colector WT1 de agua. Cuando se usó el CO₂, también se usó el separador SV1 intermediario para permitir un fraccionamiento de dos fases de los extractos. De manera similar, cuando se usó el etanol como codisolvente, se usó el separador SV5 para recuperar de manera eficaz el etanol y evaporar el propano o CO₂ al tubo de ventilación.

Se modificaron el método y el aparato de componentes lácteos líquidos según el componente lácteo extraído, el disolvente usado y el método de la puesta en contacto entre el líquido y el disolvente. Se recuperó el producto refinado (componente lácteo desgrasado) mediante despresurización hasta presión atmosférica a través de la válvula EXV1 cuando se usa CO₂. Para el propano y el DME, esto da como resultado el espumado excesivo del producto refinado a medida que se evaporaba el disolvente y la congelación de la corriente de proteínas, todo esto provocó la desnaturalización de la proteína, y por tanto se usó un separador adicional. Se empleó una mezcladora estática después de la junta transversal para proporcionar un mejor mezclado entre el DME, la corriente láctea líquida y el codisolvente agua. Se convirtió el recipiente EX1 a una columna de relleno en contracorriente colocando anillos Pall de acero inoxidable de 12 mm en la parte superior de una placa de distribución de líquido/gas dentro del recipiente para formar un lecho compacto aleatoriamente, y cambiando los puntos de entrada para el disolvente y la corriente láctea líquida al fondo y a la parte superior del recipiente respectivamente. Se retiró el producto refinado líquido de la base de EX1, y el disolvente y la fase de extracto de la parte superior de EX1.

Resultados

Ejemplo 1

Extracción de sólidos de CPS lácteo

Este ejemplo muestra que el rendimiento de los lípidos a partir de sólidos de CPS lácteo es muy bajo para todos los disolventes próximos al punto crítico, y por tanto la extracción es generalmente más eficaz a partir de disoluciones líquidas. Se extrajeron polvos de concentrado de proteína de suero con la composición del 80,26% en masa de proteína, el 6,83% en masa de lípido y un contenido en sólidos total del 96,43% con los disolventes próximos al punto crítico dióxido de carbono, propano y dimetiléter. Se realizaron experimentos adicionales a escala de laboratorio con dimetiléter a temperaturas elevadas. El disolvente, la presión, la temperatura, la masa de sólidos usada, la masa de disolvente usada y los sólidos del extracto y los rendimientos de lípidos se facilitan en la tabla 1.

ES 2 310 280 T3

TABLA 1

Rendimientos de lípidos para la extracción de sólidos de CPS con diversos disolventes

Disolvente	Presión bares	Temperatura K	Masa de sólidos usada, g	Masa de disolvente usada, kg	Masa de extracto, g	Rendimiento, % de sólidos	Rendimiento, % de lípidos
CO ₂	300	317,1	3600,0	18,9	2,69	0,07	1,05
Propano	32	314,1	3600,0	11,8	3,97	0,11	1,56
DME	32	314,1	3600,0	10,9	4,58	0,13	1,80
DME	55	323,9	129,2	0,41	0,34	0,26	3,60
DME	55	333,1	129,1	0,42	0,56	0,43	5,95

Los rendimientos de lípidos son muy bajos y un aumento en la temperatura de extracción no aumentó el rendimiento de extracción hasta un nivel deseable.

Ejemplo 2

Extracción de lípidos de CPS lácteo; 80% de proteína

Este ejemplo muestra que puede usarse un disolvente a base de éter miscible con agua (en este caso dimetiléter) como disolvente, con y sin agua como codisolvente, para la extracción de lípidos de las corrientes líquidas de CPS lácteo. Se extrajo el concentrado de proteína de suero reciente que contenía el 80,26% en masa de proteína, el 6,83% en masa de lípido y un contenido en sólidos total del 96,43% en una base de polvo; y el 21,45% de sólidos en una base tal como se recibe con dióxido de carbono supercrítico a 300 bares con y sin etanol como codisolvente; propano próximo al punto crítico con y sin etanol como codisolvente; y dimetiléter con y sin agua como codisolvente. El disolvente, la presión, la temperatura, la masa de sólidos usada, la masa de disolvente usada y los sólidos del extracto y los rendimientos de lípidos se facilitan en la tabla 2.

TABLA 2

Rendimientos de lípidos para la extracción de sólidos de CPS con diversos disolventes

Disolvente	Codisolvente, % en masa	Masa de CPS, kg	Masa de disolvente usada, kg	Presión bares	Temperatura K	Rendimientos de lípidos
DME	ninguno	2,086	29,88	40-45	313	93,3
Propano	ninguno	1,115	4,13	44	312	0
CO ₂	ninguno	2,023	33,51	300	317	1,6
CO ₂	etanol, 6,0	2,018	28,65	300	301-313	11,5
Propano	etanol, 8,6	1,992	34,78	37	313	12,5
DME	agua, 6,6	1,984	26,51	46-50	290	41,3

El rendimiento de lípido usando DME sin agua como codisolvente fue muy alto, pero las proteínas estaban muy secas y desnaturalizadas; y no pudieron recuperarse fácilmente del recipiente de extracción a medida que se volvieron insolubles en agua. El uso de agua como codisolvente a una temperatura de extracción reducida de 290 K redujo el rendimiento de lípidos hasta un 41,3%, pero permitió una recuperación cuantitativa de proteína parcialmente desgrasada en disolución. La corriente de producto refinado rica en proteína recuperada del ensayo con propano formó una espuma duradera, vigorosa. No se extrajeron lípidos. Cuando se usó etanol como codisolvente con propano, el rendimiento de lípidos aumentó desde cero hasta el 12,5%, pero se recuperó algo de etanol en la corriente rica en proteína de producto refinado, y se formó una capa de sedimento de proteína desnaturalizada tras el reposo a temperatura ambiente en esta corriente. El dióxido de carbono supercrítico dio un rendimiento de lípidos de solamente el 1,6%. El uso de etanol como codisolvente aumentó el rendimiento de lípidos hasta el 11,5%, pero de nuevo dio como resultado una corriente de producto refinado rica en proteína que contiene algo de etanol. Se formó una capa de sedimento de proteína desnaturalizada tras el reposo a temperatura ambiente.

ES 2 310 280 T3

Ejemplo 3

Extracción de concentrado de proteína de suero (CPS) con alto contenido en grasa reconstituido

Este ejemplo muestra el efecto de la concentración de sólidos sobre el rendimiento de lípidos a partir de materiales retenidos con alto contenido en grasa que surgen de la producción de aislados de proteína de suero mediante filtración por membrana. Se reconstituyeron los sólidos de CPS con alto contenido en grasa con la composición del 61,95% de proteína, el 9,72% de lípido, el 3,04% de humedad, lactosa de equilibrio y ceniza con agua destilada y desionizada hasta concentraciones de sólidos (tal como se recibe) del 7,2, 14 y 21% en masa, equivalentes a contenidos en proteína y lípido del 4,52 y 0,78; 8,67 y 1,36; 13,01 y 1,36% en masa respectivamente. Se extrajeron los líquidos de CPS reconstituidos usando el aparato mostrado en la figura 3. Se usó una mezcladora estática para estimular el mezclado del material retenido y el dimetiléter. Los rendimientos de lípidos se facilitan como un porcentaje del total disponible para la extracción, y se resumen en la tabla 3.

TABLA 3

Rendimientos de lípidos a partir de materiales retenidos de CPS con alto contenido en grasa reconstituidos

Disolvente	Codisolvente, % en masa	Masa de CPS, kg	Contenido en sólidos %	Masa de disolvente usada, kg	Presión bares	Temp K	Rendimiento de lípidos
DME	ninguno	4,13	7,2	38,14	40	323	64,7
DME	agua, 5,3	4,50	14	49,39	40	321	50,2
DME	agua, 7,4	3,57	21	36,43	40	324	33,7

El rendimiento de lípidos disminuye a medida que la concentración de sólidos aumenta, y es casi cero cuando se usan sólidos secos, tal como se muestra en el ejemplo 1.

Ejemplo 4

Extracción de CPS con alto contenido en grasa reconstituido y preparación del extracto lipídico y productos de proteína desgrasada

Se reconstituyeron los sólidos de CPS con alto contenido en grasa con la composición del 61,95% de proteína, el 9,72% de lípido, el 3,04% de humedad, lactosa de equilibrio y ceniza con agua destilada, desionizada para dar la siguiente composición líquida del 8,80% de proteína de suero, el 1,56% de lípidos, el 13,56% de sólidos totales, agua destilada de equilibrio. Se extrajeron 56,4 kg del CPS reconstituido con 474,2 kg de dimetiléter a 323 K y una presión de 42 bares en el aparato de flujo continuo (figura 3) utilizando una mezcladora estática. Se añadieron de manera continua 29,4 kg de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del concentrado de proteína de suero. Se recuperaron 28,3 kg de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 624,8 g de lípido a un rendimiento del 71% del lípido total disponible. El lípido contenía el 29,0% de fosfolípidos. Se recuperó de manera continua una corriente de producto refinado rica en proteína desgrasada del procedimiento de extracción. Se secó por pulverización la corriente de proteínas desgrasadas acuosa recuperada con aproximadamente el 14% de sólidos totales para dar un polvo con la siguiente composición: el 66,5% de proteína; el 3,1% de lípidos, el 17,8% de lactosa, el 9,0% de ceniza, el 3,9% de humedad.

Ejemplo 5

Extracción de CPS con alto contenido en grasa reconstituido a partir de fuentes diferentes

Este ejemplo muestra que precalentando el CPS antes de se ponerlo en contacto con dimetiléter mejora la eficacia de la extracción de grasa para CPS con alto contenido en grasa producido o bien mediante intercambio iónico o bien microfiltración. El CPS con alto contenido en grasa obtenido mediante secado por pulverización de la corriente de subproducto ultrafiltrada de proteína de suero aislada producida mediante intercambio iónico (CPS A); y el CPS con alto contenido en grasa obtenido mediante secado por pulverización de la corriente de subproducto ultrafiltrada de proteína de suero aislada producida microfiltración (CPS B) se reconstituyeron hasta el 14% de sólidos totales. La composición en base seca de CPS A fue del 79,2% de proteína, el 10,9% de grasa, el 1,0% de lactosa y el 3,61% de ceniza, y en base reconstituida fue del 10,97% de proteína, el 1,5% de grasa, el 0,1% de lactosa y el 0,5% de ceniza, agua destilada de equilibrio. La composición en base seca de CPS B fue del 74,6% de proteína, el 11,6% de grasa, el 4,3% de lactosa y el 3,6% de ceniza; y en base reconstituida fue del 10,21% de proteína, el 1,6% de grasa, el 0,6% de lactosa, el 0,5% de ceniza, agua destilada de equilibrio. Ambas corrientes CPS con alto contenido en grasa reconstituidas se procesaron en el aparato mostrado en figura 3 utilizando una mezcladora estática, con dos modificaciones adicionales: se insertó un intercambiador de calor entre LP1 y EX1 para precalentar la corriente de CPS

ES 2 310 280 T3

de ponerla en contacto con dimetiléter; y se insertó un intercambiador de calor entre la base de EX1 y el recipiente SV3 de recogida de producto refinado para calentar la corriente de producto refinado para disipar el dimetiléter disuelto. Se extrajeron 5917,4 g del CPS A reconstituido con 53,97 kg de dimetiléter a 324 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 2600 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del concentrado de proteína de suero. Se recuperaron 3070,5 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 82 g de extracto rico en lípido. El contenido en lípido, equivalente a un 85% rendimiento global de lípidos, contenía aproximadamente el 32% de fosfolípidos. Se recuperaron de manera continua 5435,6 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 11,89% de proteína y solamente el 0,25% de grasa.

Se extrajeron 6067,5 g del CPS B reconstituido con 39,69 kg de dimetiléter a 326 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 3100 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del concentrado de proteína de suero. Se recuperaron 2357,5 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 86,1 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípidos, equivalente a un 80% de rendimiento global de lípidos, contenía aproximadamente el 29% de fosfolípidos. Se recuperaron de manera continua 6170 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína desgrasada soluble del procedimiento de extracción, que contenía el 10,05% de proteína y solamente el 0,3% de grasa. Se produjo el CPS B mediante un método similar al CPS con alto contenido en grasa usado en los ejemplos 3 y 4: el porcentaje de lípido extraído ha aumentado desde el 70% (ejemplo 4) hasta el 80%.

Ejemplo 6

Extracción de suero beta de inicio y de final de temporada

El suero beta es a corriente rica en fosfolípidos derivada de la producción de grasa de leche anhidra. La composición de esta corriente de subproducto es dependiente de la temporada. Las proteínas son predominantemente proteínas caseína. En este ejemplo se extraen lípidos tanto de suero beta nuevo como descongelado (de congelado). Se suministró suero beta reciente del final de temporada con una composición en base seca del 30,91% de proteína, el 21,38% de lípido, lactosa de equilibrio y ceniza con un contenido en sólidos total del 10,01%, incluyendo proteína al 3,09% y lípidos al 2,14%. Se suministró suero beta congelado del inicio de temporada con una composición en base seca del 30,5% de proteína, el 19,5% de lípidos, el 43,9% de lactosa y el 6,1% de ceniza con un contenido en sólidos total del 9,69%, incluyendo proteína al 3,04%, grasa al 1,95%, lactosa al 4,39% y ceniza al 0,61%. Se extrajeron ambas corrientes líquidas de suero beta en el aparato mostrado en la figura 3, con las modificaciones resumidas en el ejemplo 5. Se extrajeron 8664,2 g de suero beta reciente del final de temporada con 80,88 kg de dimetiléter a 324 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 3679 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del suero beta. Se recuperaron 5084,0 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 195,0 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípido fue equivalente a un 93% de rendimiento global de lípidos. Se recuperaron de manera continua 7588 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 2,47% de proteína y solamente el 0,27% de grasa.

Se descongeló suero beta del inicio de temporada y entonces se agitó a temperatura ambiente durante 2 horas para obtener la homogeneidad de la muestra. Se extrajeron 7949,6 g de suero beta de inicio de temporada descongelado con 80,45 kg de dimetiléter a 322 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 3400 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del suero beta. Se recuperaron 4333,5 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 144,6 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípido fue equivalente a un 93% de rendimiento global de lípidos. Se recuperaron de manera continua 6598,2 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 3,45% de proteína y solamente el 0,50% de grasa.

Ejemplo 7

Extracción de suero beta con contenido en lactosa reducido

En este ejemplo, se sometió a prueba suero beta que se ultrafiltró para dar un material retenido de suero beta con bajo contenido en lactosa (LLBS); y luego se diafiltró para dar un material retenido de suero beta con contenido muy bajo en lactosa (VLBS), a aproximadamente una concentración de sólidos al 20%. Se produjeron el VLBS y LLBS a partir del suero beta del inicio de temporada usado en el ejemplo 6. La composición de LLBS, en base seca, era el 47,3% de proteína, el 31,7% de grasa, el 16,1% de lactosa y el 4,9% de ceniza. Se suministró LLBS congelado con el 23,5% de sólidos disueltos, incluyendo el 11,1% de proteína, el 7,45% de lípidos, el 3,8% de lactosa y el 1,15% de ceniza. La composición de VLBS, en base seca, era el 50,9% de proteína, el 34,2% de lípidos, el 9,9% de lactosa y el 5,0% de ceniza. Se suministró VLBS congelado con el 20,18% de sólidos disueltos, incluyendo el 10,3% de proteína, el 6,90% de lípidos, el 2,0% de lactosa y el 1,0% de ceniza. Se extrajeron ambas corrientes líquidas de suero beta en el aparato mostrado en la figura 3, con las modificaciones resumidas en el ejemplo 5. Se descongelaron tanto el LLBS como el VLBS y entonces se agitaron a temperatura ambiente durante 2 horas para obtener la homogeneidad de la muestra. Se extrajeron 7949,8 g de LLBS con 85,02 kg de dimetiléter a 317 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 4700 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del suero beta. Se recuperaron 5146,2 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío

ES 2 310 280 T3

giratorio para dar 478,1 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípido fue equivalente a un 74% de rendimiento global de lípidos. El contenido en fosfolípido fue el 31% de lípidos totales. Se recuperaron de manera continua 6809,9 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 10,8% de proteína y solamente el 2,0% de grasa.

5 Se extrajeron 8834,0 g de VLBS con 95,04 kg de dimetiléter a 323 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 3800 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del suero beta. Se recuperaron 5622,6 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 495,1 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípidos fue equivalente a un 74% de rendimiento global de lípidos. El contenido en fosfolípido fue el 40% de lípidos totales. Se recuperaron de manera continua 5094,3 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 11,93% de proteína y solamente el 2,1% de grasa.

Ejemplo 8

15 *Extracción de suero beta con contenido en lactosa reducido diluido hasta el 10% de sólidos disueltos*

En este ejemplo, se diluyeron el material retenido de suero beta con bajo contenido en lactosa (LLBS); y el material retenido de suero beta con contenido muy bajo en lactosa (VLBS) del ejemplo 7 hasta aproximadamente concentraciones de sólidos al añadiendo agua desionizada destilada en las proporciones correctas a los materiales retenidos agitados y descongelados respectivos. Los materiales retenidos de suero diluido se renombraron LLBSD y VLBSD. Las composiciones de base seca de LLBSD y VLBSD permanecen sin cambios respecto al ejemplo 7. Se produjo LLBSD con el 11,1% de sólidos disueltos, incluyendo el 5,53% de proteína, el 3,50% de lípidos, el 1,5% de lactosa y el 0,5% de ceniza. Se produjo VLBSD con el 9,26% de sólidos disueltos, incluyendo el 4,7% de proteína, el 3,20% de lípidos, el 0,9% de lactosa y el 0,5% de ceniza. Se extrajeron ambas corrientes líquidas de suero beta en el aparato mostrado en la figura 3, con las modificaciones resumidas en el ejemplo 5. Se almacenaron tanto LLBSD como VLBSD en una nevera durante la noche tras producirse a partir del LLBS y VLBS respectivamente. Se extrajeron 7651,4 g de LLBSD con 78,67 kg de dimetiléter a 328 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 4250 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del suero beta. Se recuperaron 5172,5 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 290,7 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípidos fue equivalente a un 87% de rendimiento global de lípidos. El contenido en fosfolípido fue el 49,2% de lípidos totales. Se recuperaron de manera continua 6103,8 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 6,52% de proteína y solamente el 0,5% de lípido, con un contenido en fosfolípidos del 52,4% de lípidos totales. Hubo un aumento significativo en el rendimiento de lípidos y una reducción en lípidos residuales en el producto refinado en comparación con LLBS en el ejemplo 7.

Se extrajeron 6885,9 g de VLBSD con 75,49 kg de dimetiléter a 318 K y una presión de 40 bares. Se añadieron de manera continua 4150 g de codisolvente de agua al dimetiléter para producir la extracción de agua del suero beta. Se recuperaron 5834,5 g de extracto, que entonces se evaporó hasta sequedad en un evaporador a vacío giratorio para dar 226,0 g de extracto rico en lípidos. El contenido en lípidos fue equivalente a un 86% de rendimiento global de lípidos. El contenido en fosfolípidos fue el 46,5% de lípidos totales. Se recuperaron de manera continua 5362,6 g de una corriente de producto refinado acuoso rica en proteína soluble desgrasada del procedimiento de extracción, que contenía el 6,52% de proteína y solamente el 0,5% de lípido, con un contenido en fosfolípidos del 47,9% de lípidos totales. Hubo un aumento significativo en el rendimiento de lípidos y una reducción en lípidos residuales en el producto refinado en comparación con VLBS en el ejemplo 7.

50

55

60

65

ES 2 310 280 T3

REIVINDICACIONES

1. Método para tratar un producto lácteo o una corriente láctea de proceso que comprende al menos las etapas de:

- a) poner en contacto dicho producto lácteo o corriente láctea de proceso con un disolvente a base de éter que es gaseoso a temperatura ambiente y que es parcialmente miscible con agua, estando dicho disolvente a base de éter a una temperatura y presión próximas al punto crítico, para producir una fase de fluido próximo al punto crítico que contiene lípidos;
- b) separar la fase de fluido próximo al punto crítico del producto lácteo o la corriente láctea de proceso para producir un producto lácteo o una corriente láctea de proceso sustancialmente desgrasado; en la que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso tiene un contenido en humedad superior al 75%; y
- c) reducir la presión de la fase de fluido próximo al punto crítico para recuperar los lípidos.

2. Método según la reivindicación 1, en el que el disolvente está a una temperatura de entre 10 grados Celsius y 70 grados Celsius.

3. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente está a una temperatura de entre 40 grados Celsius y 60 grados Celsius.

4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se selecciona de corrientes a base de suero, subproductos de grasa de leche, leche y nata.

5. Método según la reivindicación 4, en el que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se selecciona de los siguientes: suero, materiales retenidos concentrados de proteína de suero, subproductos aislados de proteína de suero, subproductos de mantequilla, subproductos de grasa de leche anhidra y efluentes lácteos que contienen lípidos.

6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso es un líquido.

7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se ha descongelado a partir de un estado congelado.

8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el producto lácteo o la corriente láctea de proceso se ha reconstituido a partir de polvo.

9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente de proceso es superior al 75% e inferior al 99%.

10. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente de proceso está entre el 80% y el 90%.

11. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el contenido en humedad del producto lácteo o la corriente de proceso está entre el 85% y el 90%.

12. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente es dimetiléter.

13. Método según la reivindicación 12, en el que el disolvente se mezcla con agua a o por debajo de la solubilidad del agua en dimetiléter antes de poner en contacto la mezcla de disolvente y el agua con el producto lácteo o la corriente láctea de proceso.

14. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente está a una presión de al menos la presión de vapor a la temperatura de extracción.

15. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el producto lácteo o la corriente láctea se pone en contacto con el disolvente de una forma continua.

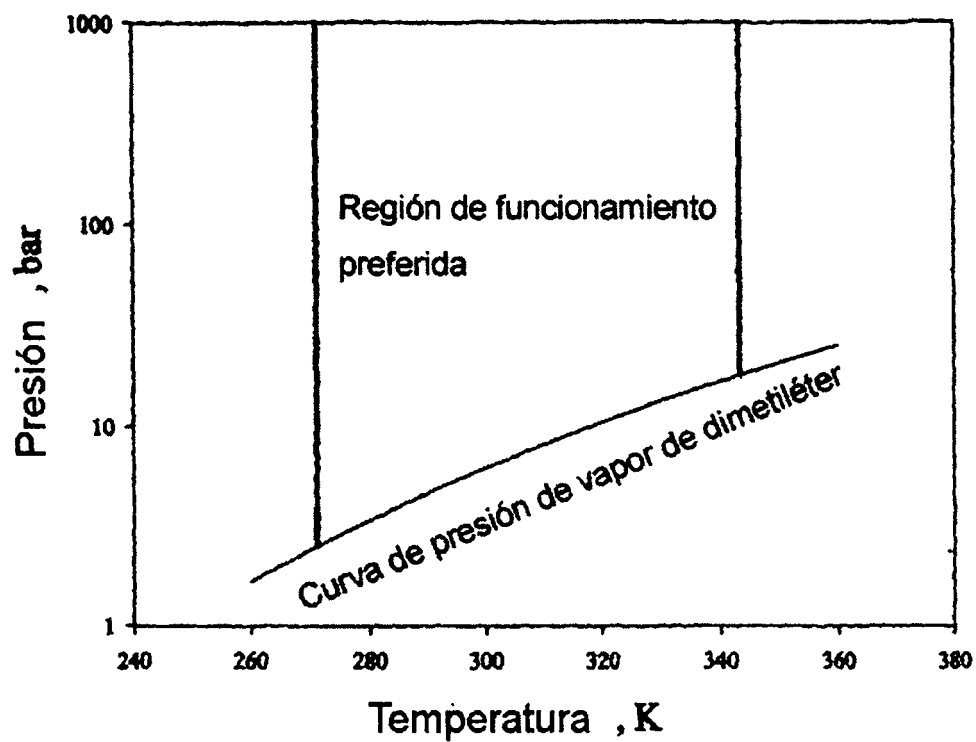


Figura 1

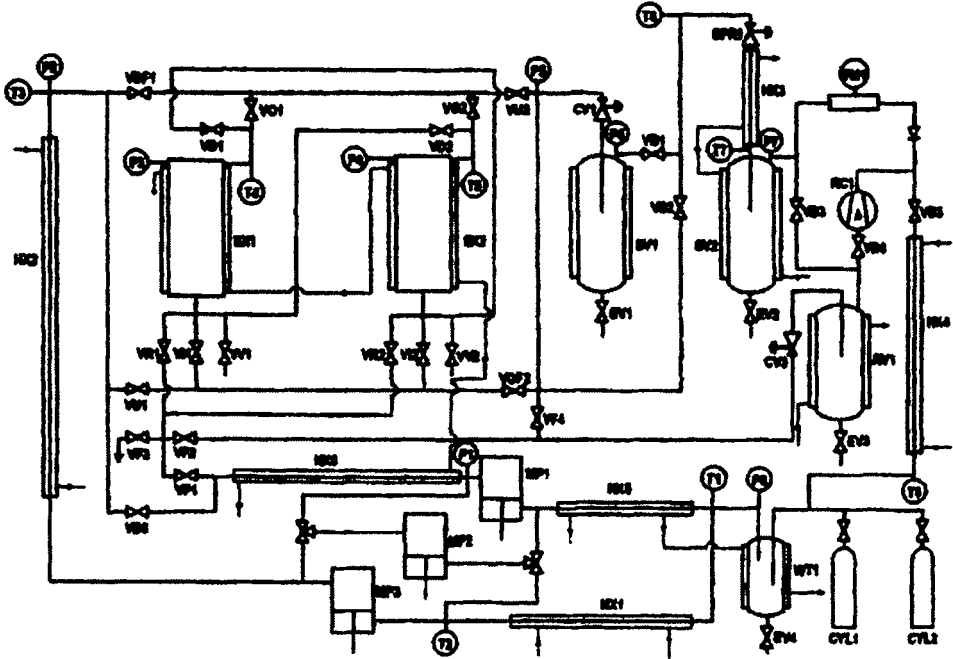


Figura 2

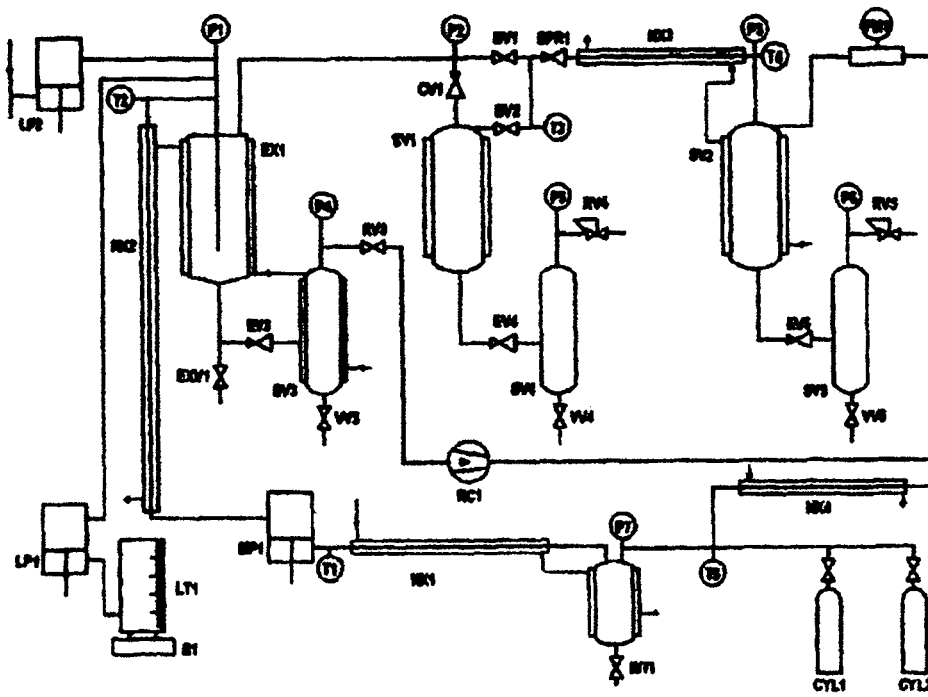


Figura 3

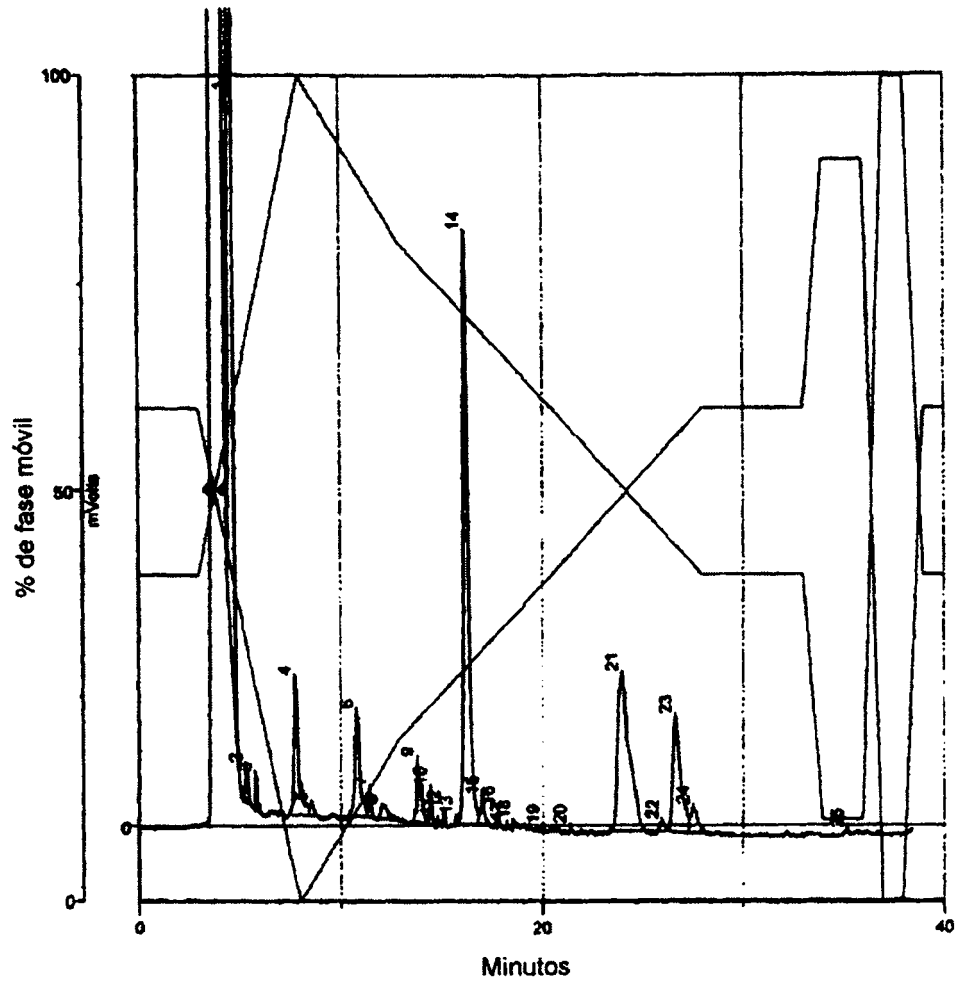


Figura 4