



22 ABR 1972

402848

Nº 402.848

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

MORINAGA MILK INDUSTRY CO., LTD.

entidad japonesa, domiciliada en 33-1,
Shiba 5-chome, Minato-ku, Tokyo, Japón, re
lativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN
CONCENTRADO DE PROTEINA CASEINA"

=====

Inventores: Taro Nagasawa, Mamoru Tomita,
Tomokazu Obayashi, Tadashi Watanabe,
Yoshitaka Tamura y Teruhiko Mizota

Prioridades: Solicitudes de patente en Japón
nºs. 65863/1971 y 2838/1972, de
fechas 30 agosto 1971 y 29 diciem-
bre 1971, respectivamente.

402848



22

Int. Cl. ² : A23j

MEMORIA DESCRIPTIVA

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

- La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un concentrado nutritivo de caseína que contiene una micela de caseína con una turbidez y estabilidad al calor similares a las de la micela de caseína de la leche de vaca, a partir de una caseína ácida. Más particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un concentrado nutritivo que contiene caseína, caracterizado por añadir una sal de ácido orgánico y/o polifosfato en una cantidad que corresponde a la del ion calcio que debe añadirse a una disolución alcalina de caseína ácida para formar una micela de caseína, mezclar una disolución de sal de calcio con ella a una temperatura inferior a 50°C, ajustar el pH de la disolución mezclada de manera que llegue a ser de 6,2 a 6,8 después del calentamiento preliminar, precalentar la disolución a unos 65°C para formar una micela de caseína y añadir emulsificante, grasas animales o vegetales, hidratos de carbono y elementos en pequeña proporción, por ejemplo vitaminas, etc, al líquido micelar de caseína, y entonces homogenizar, pasteurizar y concentrar la disolución micelar. - - - - -
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

En el mercado existen varias clases de polvo de ca-

402848

22 ABR. 1974



seína. Sin embargo, por ejemplo, el caseinato sódico tiene una pobre dispersabilidad, humectabilidad, y sumergibilidad y tiene escasa turbidez, aunque es soluble en agua y tiene una buena solubilidad final. El caseinato cálcico se separa

- 5. y precipita cuando se deja en reposo, aunque es insoluble en agua y tiene una buena dispersabilidad, humectabilidad y sumergibilidad. Además, la caseína coprecipitada que ha sido desarrollada recientemente se caracteriza por contener parcialmente una proteína de suero de leche; sin embargo, esta
- 10. caseína es caseinato cálcico mezclado parcialmente con caseína ácida y substancialmente igual al caseinato cálcico. La caseína ácida y los polvos de caseína de cuajo son insolubles en agua y así se disuelven en un agente alcalino y se utilizan como caseinato alcalino. - - - - -

- 15. Ninguno de los productos de caseína descritos anteriormente y cualquier fórmula mixta para lactantes que contenga estos polvos de caseína es un producto tal que cuando se disuelve en agua, no se coagule y precipite la proteína y la disolución acuosa es una disolución micelar de caseína
- 20. con una estabilidad al calor y una turbidez suficientes. Por lo tanto, dichos productos no pueden disolverse en agua para reconstituir una leche líquida que contenga una micela de caseína con una turbidez y estabilidad al calor similares a las de la leche de vaca. - - - - -

25. RESUMEN DE LA INVENCION

Un objetivo de la presente invención es proporcio-

402848

22 ABR 1974



nar un procedimiento para la preparación de un concentrado de caseína que sea capaz de formar una micela de caseína con una turbidez y estabilidad al calor similares a los de la leche de vaca, que sea buena en balance de cenizas y contenga un contenido apropiado de otros alimentos, y proporcionar un procedimiento para la preparación de una fórmula mixta para lactantes que sea soluble en agua y exhiba las propiedades descritas anteriormente secando el concentrado. - - - - -

5.

El procedimiento de la presente invención es una

10.

invención para la preparación de un concentrado caracterizado por la adición de un alimento tal como grasas animales o vegetales, hidratos de carbono, elementos en pequeña proporción, por ejemplo, vitaminas, etc. a un líquido micelar de caseína que contiene un emulsificante obtenido en el procedimiento mencionado anteriormente para la preparación de un polvo de caseína. - - - - -

15.

Y el procedimiento de la presente invención es una

20.

invención para la preparación de un concentrado de caseína por la adición de un alimento tal como grasas animales o vegetales, hidratos de carbono, elementos en pequeña proporción por ejemplo vitaminas, a un líquido micelar de caseína obtenido en el procedimiento mencionado anteriormente para la preparación de un polvo de caseína, sin embargo, es algo distinto del procedimiento de la Solicitud de Patente Japonesa Nº 35470/1971 en un punto de la adición de alimentos. - - - - -

25.

En el caso de la preparación de un concentrado de caseína por adición de una disolución de sal de calcio a una

402848

22



disolución de caseína para formar una micela de caseína y utilizarla, pueden fabricarse concentrados de caseína con propiedades distintas (turbidez, estabilidad al calor, sabor, composición de cenizas, etc.) cambiando de manera diversa las condiciones de fabricación; sin embargo, en la presente invención, para lograr el objeto antes mencionado, se ha decidido el procedimiento de preparación considerado en los puntos siguientes: - - - - -

5.

(1) Se añade una sal de ácido orgánico o un polifosfato a una disolución alcalina de caseína ácida y la disolución resultante se hace reaccionar con una disolución de sal de calcio para obtener un líquido micelar de caseína. Se añade a este líquido micelar un emulsificante y además grasas animales o vegetales, hidratos de carbono y elementos en pequeña proporción, por ejemplo vitaminas, etc. - - - - -

10.

15.

(2) El líquido micelar de caseína antes de la adición de grasas, hidratos de carbono, etc. tiene una turbidez D.O. de 0,40 a 1,64 cuando se mide por el método siguiente: - - -

20.

25.

El líquido micelar de caseína se diluye con agua de manera que llegue a ser de una concentración del 0,5% en proteína, y se mide espectrofotométricamente la densidad óptica (D.O.) del líquido micelar de caseína así diluida a 610 μ en un colorímetro fotoeléctrico. La turbidez viene indicada por la densidad óptica. Incidentalmente, la leche descremada a la misma concentración tiene una D.O. de 1,58 a 1,64.

(3) El líquido micelar de caseína mezclado con grasas,

402848

22



hidratos de carbono, etc. (denominado a partir de ahora "líquido micelar de caseína mixto") debe mostrar una estabilidad al calor tal que la cantidad de precipitado del líquido esté por debajo de 0,2 ml cuando se mide por el método siguiente: - - - - -

5.

Se diluye el líquido micelar de caseína mixta con agua de manera que se llegue a una concentración del 3% en proteína y se calienta a 120°C durante 15 minutos. Se toman 50 ml del líquido así tratado en un tubo de centrifuga y se centrifugan a 1000 rpm durante 3 minutos, y la cantidad de precipitado del líquido así medida muestra estabilidad al calor. - - - - -

10.

Esto es, el procedimiento de la presente invención es un procedimiento nuevo para la preparación de un concentrado que contiene caseína caracterizado por la disolución de una sal de ácido orgánico y/o polifosfato en una cantidad tal como se indica por la fórmula

15.

$$\log y = 0,0384 x + (0,80 \pm 0,35)$$

donde y es el número de mg de la sal orgánica y/o polifosfato por 1 g de caseína y x es el número de mg de ion calcio por 1 g de caseína, en una disolución de caseína obtenida por disolución de una caseína ácida en una disolución de álcali añadiendo a la misma una disolución de sal de calcio en una cantidad tal que la cantidad de ion calcio llegue a ser de 10 a 40 mg por 1 g de caseína a una temperatura por debajo de 50°C, ajustando después el pH de la disolución mixta

20.

25.



402848

22

resultante de manera que llegue a ser de 6,2 a 6,8 después del precalentamiento del paso subsiguiente, precalentando la disolución lentamente a una temperatura de por lo menos 65°C con agitación para formar una micela de caseína, añadiendo un

5. emulsificante y grasas animales o vegetales, lactosa u otros hidratos de carbono, y vitaminas u otros elementos en pequeña proporción al líquido micelar de caseína, y homogenizando, pasteurizando y concentrando el líquido micelar de caseína. -

EXPLICACION DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

10. El procedimiento de la presente invención se ilustrará en el orden de pasos como sigue: - - - - -
- (1) Preparación de la disolución alcalina de caseína ácida;
 - (2) Disolución de la sal de ácido orgánico y/o de polifosfato;
 - 15. (3) Preparación y adición de la disolución de sal de calcio;
 - (4) Ajuste del pH y precalentamiento de la disolución mixta;
 - 20. (5) Adición de grasas animales o vegetales, emulsificante, hidratos de carbono y elementos en pequeña proporción, etc.;
 - (6) Homogenización y pasteurización; y
 - (7) Concentración

402848



(1) Preparación de la disolución alcalina de caseína ácida;

5. Es deseable en el procedimiento de la presente invención una caseína de ácido clorhídrico o de ácido láctico como caseína ácida. La caseína ácida antes descrita se añade a agua caliente hasta que se hinche suficientemente y se mezcla con álcali y se calienta de 60 a 70°C hasta que se disuelve completamente y se obtiene así una disolución alcalina de caseína ácida (denominada a partir de ahora disolución de caseína). - - - - -

15. Aunque todos los compuestos alcalinos, incluyendo fosfatos, hidróxidos, carbonatos, etc., pueden utilizarse como agentes alcalinos, se escoge entre estos compuestos un compuesto alcalino apropiado considerando su influencia sobre el sabor y la composición de cenizas del producto final. Puede utilizarse para la preparación de la disolución de caseína un caseinato sódico comercial preparado a partir de una caseína ácida. El pH de la disolución de caseína es un elemento importante que afecta la estabilidad al calor de la micela de caseína producida, y se ajusta a un valor suficientemente elevado de manera que el pH de la disolución mixta después del paso de precalentamiento como se describe más adelante está dentro del intervalo de 6,2 a 6,8. La concentración de proteína de la disolución de caseína se ajusta

20. del 5 al 12% y la disolución se enfría a una temperatura por debajo de 50°C. Cuando la concentración de proteína es superior al 12%, la disolución de caseína tiene una alta viscosi-

402848

22 ABR 1942



dad y, al añadir la disolución de sal de calcio a la misma, la proteína reacciona parcialmente con el ion calcio y se forma fácilmente un precipitado coagulado de proteína. Es claro que el empleo de una disolución diluida es desventajoso económicamente al calentar en el paso de la concentración y del secado. El límite de la concentración de proteína es 5%. Y además, cuando la temperatura de la disolución de caseína está por debajo de 50°C, si se añade una cantidad razonable de sales a la disolución de caseína en el intervalo antes mencionado de la concentración de proteína, no se forma un precipitado coagulado de proteína por adición de disolución de sal de calcio. - - - - -

(2) Adición de sales:

Seguidamente, se añaden a la disolución de caseína una o más sales de ácido orgánico, por ejemplo, sales de ácido láctico, ácido tartárico, ácido succínico, ácido cítrico, etc., o polifosfatos, por ejemplo, sales de ácido pirofosfórico, ácido metafosfórico, ácido polimetafosfórico, ácido tetrafosfórico, etc. Desde luego, pueden utilizarse conjuntamente una sal de ácido orgánico y un polifosfato. Y también puede utilizarse parcialmente leche de vaca que contenga estas sales. Entre estas sales se escogen las apropiadas considerando su influencia sobre la composición de las cenizas y el sabor del producto final y la técnica de preparación. - - - - -

La adición de las sales anteriormente descritas tiene un efecto tal que impide la formación de coágulos de proteína cuando se produce la micela de caseína y mantiene la es

402848 22 ABR 1972



tabilidad al calor y la turbidez del líquido micelar de caseína y por lo tanto es un requisito indispensable para la obtención del producto objetivo de la presente invención. - - - -

5. La cantidad de sales añadidas está íntimamente relacionada a la del ion calcio añadido en el paso subsiguiente y es necesario que se incremente con la del ion calcio añadido. La cantidad de sales utilizadas correspondientes a la del ion calcio está representada por la fórmula siguiente:

$$\log y = 0,0384 x \pm (0,80 \pm 0,35)$$

10. donde y es el número de mg de sales añadidas por 1 g de proteína y x es el número de mg de ion calcio añadidos por 1 g de proteína. - - - - -

15. Como se describe más abajo, en el procedimiento de la presente invención el intervalo de la cantidad de ion calcio añadido por 1 g de proteína es 10 a 40 mg. Por lo tanto, cuando se substituyen estos números de mg de ion calcio en la fórmula anterior, los valores de y son los siguientes:

- En el caso que el ion calcio es 10 mg, $y = 6,8$ a $34,2$
- En el caso que el ion calcio es 20 mg, $y = 16,5$ a $82,8$
- 20. En el caso que el ion calcio es 40 mg, $y = 96,9$ a 486

Como se demostró anteriormente, la cantidad de sales que deben añadirse es un valor razonable calculado de la fórmula anterior en el intervalo correspondiente al de 10 a 40 mg de ion calcio añadido por 1 g de proteína. La razón pa-



402848 22

ra la limitación de este intervalo es la siguiente: - - - - -

En el caso que se produzca una micela de caseína con una cantidad inferior a 6,8 mg de sales por adición de 10 mg de ion calcio por 1 g de proteína, incluso si el pH del líquido micelar de caseína mixta con grasas, emulsificante, hidratos de carbono, etc. se ajusta dentro del intervalo de 6,20 a 6,80 en el paso subsiguiente, el líquido micelar de caseína mixta tiene una baja estabilidad al calor, y entonces, si se ajusta el pH por encima de 6,80 para mantener la estabilidad al calor, se disminuye la turbidez, se incrementa la viscosidad y se hace difícil concentrar el líquido micelar de caseína mixto. - - - - -

Por otra parte, en el caso de añadir más de 34,2 mg de sales para formar una micela de caseína, bajo las mismas condiciones el líquido micelar de caseína mixto tiene una buena estabilidad al calor; sin embargo, incluso si el pH del líquido está dentro del intervalo de 6,20 a 6,80 la turbidez disminuye de manera similar, y la viscosidad aumenta como en el caso en que el pH está substancialmente por encima de 6,80 y por lo tanto se hace difícil concentrar el líquido, siendo así el polvo obtenido del concentrado de baja dispersabilidad, sumergibilidad y humectabilidad y no es preferible desde el punto de vista de la nutrición debido a que contiene una gran cantidad de sales. Por lo tanto, incrementar la cantidad de sales por encima de este intervalo no tiene sentido. Por una razón similar, en el caso de añadir 40 mg de ion calcio por 1 g de proteína, la cantidad total de

402848

22 

sales añadidas está de manera apropiada dentro del intervalo de 97 a 486 mg, y, fuera de este intervalo, no puede obtenerse un concentrado o polvo deseable que tenga una buena solubilidad, estabilidad al calor y turbidez. - - - - -

5. Aunque, en el caso de añadir exceso de sales para la cantidad de ion calcio, se observa como se ha descrito anteriormente una disminución en la turbidez y un incremento de la viscosidad del líquido micelar de caseína, el límite superior de la cantidad de sales que se añaden puede extenderse más en el procedimiento presente. - - - - -

10. Debido a que la grasa se emulsifica incrementando la turbidez del líquido micelar de la caseína mixta producida, ésta se mezcla con grasas animales o vegetales, emulsificante, hidratos de carbono, vitaminas, etc., y se somete a un tratamiento de homogenización. Debido a ello la grasa se añade al líquido micelar de caseína para atenuar la formación de espuma en el paso de concentración, debido a que el incremento en el contenido de sal no perjudica la estabilidad al calor sino que la incrementa. Debido a ello la grasa particularmente añadida en este procedimiento tiene un efecto de prevención de la coagulación y de precipitación de la proteína en cooperación con el emulsificante cuando se calienta la micela de caseína. Debido a ello la estabilidad al calor de la micela de caseína se incrementa algo puesto que la cantidad de proteína en el contenido sólido disminuye relativamente por la adición de grasas, hidratos de carbono, etc. -

(3) Adición y mezcla de la disolución de sal de

402848



calcio:

Como sal de calcio utilizada en este paso el cloruro de calcio es la más deseable y puede utilizarse parcialmente en combinación con gluconato cálcico o fosfato de calcio, sulfato de calcio, carbonato de calcio, citrato de calcio etc. difícilmente solubles. - - - - -

5.

Se utiliza una disolución de sal de calcio en una concentración tal que contenga de 10 a 30 mg, deseablemente 20 mg, de ion calcio en 1 ml de disolución. Si la concentración de ion calcio en la disolución de sal de calcio es inferior a 10 mg/ml, es económicamente desventajoso concentrar la disolución diluida resultante en el paso de concentración subsiguiente y, si la concentración es superior a 30 mg/ml se forma un coagulado de proteína con independencia de lo vi-

10.

gorosamente que se agite la disolución cuando se añade la disolución de sal de calcio a la disolución de caseína que contiene sales. Y, puesto que en este paso se forma un coagulado de proteína cuando se añade la disolución de sal de calcio a la disolución que contiene sales a una temperatura superior a 50°C, es necesario mantener ambas disoluciones a una temperatura inferior a 50°C. Cuanto mayor sea la cantidad de sales añadidas a la disolución de caseína, tanto mayor temperatura es posible emplear al mezclar la disolución de caseína y la disolución de sal de calcio y, cuanto menor sea la concentración de ion calcio de la disolución de sal de calcio,

15.

tanto menor es la cantidad de ion calcio por 1 g de proteína, y cuanto menor sea la concentración de proteína, tanto mayor

20.

25.

402848

22 ABR 1952



puede ser la temperatura que se emplee al mezclar ambas disoluciones, pero el límite superior de temperatura es 50°C. - -

- Entonces, la cantidad apropiada de ion calcio por 1 g de caseína es de 10 a 40 mg. Debido a que, en el caso de
5. que la cantidad de ion calcio sea inferior a 10 mg por 1 g de proteína, el líquido micelar de caseína no sólo tiene una turbidez baja, sino que también presenta una ligera reducción de la viscosidad del líquido micelar de caseína producido a partir de la disolución de caseína que contiene las sa-
10. les y, como resultado, se presenta una vigorosa formación de espuma en el líquido en el paso de concentración y el líquido se hace muy viscoso y se forma fácilmente un coagulado en la superficie de calentamiento del concentrador haciéndose así difícil la concentración. Por consiguiente, el producto de
15. polvo seco obtenido a partir de dicho concentrado tiene una baja dispersabilidad, sumergibilidad y humectabilidad puesto que se requiere secado por aspersion para la operación en un grado de concentración más baja. Por otra parte, en el caso que la cantidad de ion calcio por 1 g de proteína sea supe-
20. rior a 40 mg, el líquido micelar de caseína producido no presenta un incremento en turbidez incluso si se incrementa la cantidad de ion calcio, y no se espera la reducción de la viscosidad del líquido y además, la estabilidad al calor de la micela de caseína disminuye al aumentar el ion calcio. - -

25. En la invención de la solicitud pendiente la cantidad de calcio añadida es de 20 a 40 mg por 1 g de proteína mientras que la de la presente invención es menor en el lími-

402848



te inferior, siendo de 10 a 40 mg. En comparación con el procedimiento de la solicitud copendiente, la presente invención tiene la ventaja que el líquido puede concentrarse más fácilmente debido a que se añaden al líquido micelar de caseína

5. producido grasas e hidratos de carbono, etc., y el líquido puede concentrarse sin impedimentos, incluso si el ion calcio añadido por 1 g de proteína se disminuye hasta 10 mg, puesto que el líquido tiene una excelente estabilidad al calor y una turbidez incrementada por la homogenización de la grasa,

10. pudiéndose obtener así un producto de elevada turbidez. El producto seco obtenido a partir del concentrado es similar a la fórmula mixta de lactantes suministrada comercialmente en solubilidad, dispersabilidad, humectabilidad y sumergibilidad. - - - - -

15. En la presente invención considerando la composición de cenizas del producto final, pueden utilizarse además de calcio, ion magnesio y otras cenizas. Por lo tanto, en este caso se añaden a la disolución de sal de calcio cloruro de magnesio como una sal que contenga magnesio y cloruro fé-

20. rrico, lactato ferroso, etc. como una sal que contenga hierro. En este caso, la cantidad total de estos cationes y de ion calcio debe estar dentro del intervalo de 10 a 40 mg por 1 g de proteína. La cantidad necesaria de sales se calcula sobre la base de la cantidad total anterior. - - - - -

25. (4) Ajuste del pH y precalentamiento:

La disolución mixta obtenida por disolución de las

402848

22



sales en una disolución de caseína y adición de una disolución de sal cálcica a la misma se precalienta a una temperatura de 65 a 80°C. La disolución mixta se hace turbia de color blanco a medida que su temperatura se incrementa y por lo tan

- 5. to su turbidez incrementa a medida que se produce una micela de caseína. Como resultado de la combinación de caseína y de ion calcio la disolución mixta muestra un pH inferior al de antes del precalentamiento en unos 0,2 a 0,4. En el caso de que el pH sea inferior a 6,0 después del precalentamiento, la
- 10. proteína tiende a coagularse fácilmente y precipitar. Por lo tanto, es necesario que el pH de la disolución mixta se ajuste previamente o durante el precalentamiento de manera que el pH del líquido micelar de caseína después del precalentamiento sea de 6,2 a 6,8. - - - - -

- 15. El líquido micelar de caseína se somete a un tratamiento por calor a temperatura elevada en forma de pasteurización a temperatura ultraelevada (130°C, 2 segundos); en el paso de pasteurización descrito más abajo. Por lo tanto, el pH de la disolución mixta debe ajustarse en combinación con
- 20. el uso de emulsificante de manera que el líquido micelar de caseína pueda mantener una estabilidad al calor suficiente en este paso de pasteurización y que la proteína no se coagule precipitando. - - - - -

- 25. (5) Adición de grasas, emulsificante, hidratos de carbono y elementos en pequeña proporción:

En vista de la nutrición del concentrado o polvo de

402848

22



la presente invención se necesita que se mezcle con grasas animales o vegetales, hidratos de carbono y elementos en pequeña proporción tales como vitaminas, etc. y otras sustancias nutritivas. - - - - -

- 5. Pueden emplearse en la presente invención cualquier grasa y aceite animal y/o vegetal empleados corrientemente como alimentos. La clase, cantidad y proporción de mezcla de las grasas y aceites animales y/o vegetales y otros productos se seleccionan dependiendo del objeto del producto y desde el punto de vista de la nutrición. - - - - -

- 10. La adición se lleva a cabo añadiendo directamente, después del precalentamiento, grasas y aceites al líquido micelar de caseína a 65 a 80°C para fundirlos o añadiendo un fundido de grasas y aceites al líquido micelar de caseína. Se añade seguidamente, un emulsificante al líquido micelar mixto para emulsificar suficientemente las grasas animales o vegetales. La adición del emulsificante no sólo tiene por objeto la emulsificación de las grasas animales o vegetales añadidas, sino que también es indispensable para mantener efectivamente la estabilidad al calor del líquido micelar de caseína mixto, como se ha descrito anteriormente. - - - - -

- 20. El líquido micelar de caseína tiene una estabilidad al calor baja al tratamiento por calor por encima de 100°C simplemente por adición de sales a la disolución de caseína y haciendo reaccionar las sales de calcio con las mismas. Se requiere una gran cantidad de las sales antes mencio-

402848



- nadas y además el pH después del calentamiento debe hacerse superior a 6,8 para mantener esta estabilidad al calor. Sin embargo en este caso el producto tiene una turbidez disminuída y se presenta una vigorosa formación de espuma en el líquido, haciéndose así difícil la concentración. Por lo tanto, en el procedimiento presente, se añade un emulsificante al líquido micelar de caseína antes del paso de pasterización para homogeneidad del alimento tal como la grasa y para la conservación de la estabilidad al calor y de la turbidez del líquido micelar de caseína mixta a una temperatura elevada. La adición del emulsificante es efectiva para la obtención de turbidez y estabilidad al calor suficientes del líquido micelar de caseína incluso en el caso de que la cantidad de las sales añadidas mencionadas anteriormente sea relativamente pequeña. El efecto del emulsificante para mejorar la estabilidad al calor puede exhibirse sólo dentro del intervalo apropiado de combinación del ion calcio y de las sales antes mencionados y es imposible mantener la estabilidad al calor sólo con la adición de emulsificantes sin la de la sal orgánica ni la del polifosfato. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Aunque el emulsificante utilizado en la presente invención puede ser soluble en agua o en grasa y es posible utilizar cualquier emulsificante utilizado generalmente para alimentos, como, por ejemplo, ésteres de glicerina y ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos y sacaroza, ésteres de ácidos grasos de sorbitosa, ésteres de ácidos grasos de propilenglicol, lecitina de semillas de soja, etc., es particularmente deseable con vistas a la nutrición utilizar lecitina

25.

402848

24



de semillas de soja. - - - - -

La cantidad de emulsificante es de 0,5 a 5% basado sobre el contenido mayor ya sea de proteína o de grasa en el producto final. Cuando la cantidad de emulsificante añadida

5. es inferior a 0,5% los aceites y grasas animales y vegetales no están suficientemente emulsificados, y el líquido micelar de caseína no puede mantener una estabilidad al calor suficientemente elevada. La adición de una cantidad de más del 5% tampoco tiene sentido porque no es tan efectiva. - - - - -

10. Puede emplearse como hidrato de carbono que se añade al líquido micelar de caseína cualquier hidrato de carbono utilizado corrientemente para alimentos, sin embargo, en general se escoge apropiadamente entre lactosa, sacarosa, dextrina de malta, dextrosa, etc. La clase y la cantidad de hidratos

15. de carbono utilizados se deciden en vista de la nutrición y del contenido de sodio en los mismos. Para la preparación de concentrados o polvos de bajo contenido en sodio, pueden mezclarse parcialmente un suero de bajo contenido en cenizas fabricado por un método de intercambio iónico con resinas, un

20. método de electrodiálisis con membranas permoselectivas, un método de ósmosis inverso o una leche descremada, una leche completa, una leche de vaca desmineralizada, un polvo de semilla de soja y un suero común para la utilización dentro del intervalo inferior a 100 mg de contenido en sodio por 100 g

25. de producto final. - - - - -

Elementos en pequeña proporción tales como vitami-

402848



nas, aminoácidos, etc. corrientemente utilizados para una leche en polvo modificada se añaden, si es necesario, al líquido micelar de caseína. En la producción del concentrado o polvo de bajo contenido en sodio, el bajo contenido en sodio se

5. ajusta escogiendo los reactivos y materiales en cada paso de manera que el contenido en sodio esté por debajo de 100 mg, deseablemente por debajo de 50 mg, por 100 g del producto final. - - - - -

(6) Pasos de homogenización y pasteurización:

10. Después de la adición de las grasas animales o vegetales, de un emulsificante, de un hidrato de carbono y de elementos en pequeña proporción tales como vitaminas que no se descomponen al calentar el líquido micelar de caseína, el líquido se homogeniza. Para homogenizar suficientemente el

15. líquido micelar de caseína mezclado con cada uno de los alimentos, el contenido en sólidos del líquido se ajusta al 10-30%, preferentemente alrededor del 20%. - - - - -

La homogenización se lleva a cabo generalmente por medio de un homogenizador utilizado corrientemente en la industria alimenticia a una temperatura de 40 a 80°C y una presión de homogenización de 50 a 250 Kg/cm². La pasteurización se lleva a cabo bajo la condición de pasteurización utilizada corrientemente en el campo alimenticio, deseablemente por la pasteurización continua a una temperatura elevada y durante

20. un tiempo corto, por ejemplo a 130°C durante 2 segundos. -

25.

(7) Concentración:

El líquido micelar de caseína mixto después del pa-

402848

22 ABR 1977



so de pasteurización se somete á la concentración y el concentrado resultante se seca subsiguientemente, si es necesario, a un producto en polvo. El que la cantidad de ion calcio, las sales y el emulsificador que se mezclan y el pH del líquido estén dentro del intervalo de la proporción dada no es sólo necesario para obtener el producto concentrado o en polvo deseado sino que también es indispensable para la operación del paso de concentración y además, si es necesario, del paso de secado sin impedimentos. - - - - -

- 5. De acuerdo con el procedimiento de la solicitud pendiente antes mencionada, el líquido micelar de caseína puede concentrarse en el estado de menor formación de espuma sin formar un coagulado de proteína sobre la superficie de calentamiento del concentrador incluso en un grado mucho mayor de concentración que el de la disolución de caseinato sódico anterior. Sin embargo, en el procedimiento de la presente invención el líquido micelar de caseína puede concentrarse fácilmente incluso si el límite superior de la cantidad de sales añadidas y el límite inferior del ion calcio se extienden más en comparación con los del proceso de la aplicación pendiente, debido a que se añaden al líquido micelar de caseína grasas, hidratos de carbono y otros alimentos. - - - - -

Seguidamente, en el caso de fabricación de un producto en polvo a partir del concentrado de la presente invención, el producto en polvo es aceptablemente bueno en aspecto, solubilidad, dispersabilidad, humectabilidad, y sumergibilidad. Para esto, es apropiado concentrar el líquido miced-

40284822



lar de caseína mixta a un contenido en sólidos del 40 al 55% y a una viscosidad de 30 a 70 cP (a 50°C) y secarlo subsiguientemente por atomización. - - - - -

- El concentrado preparado por el procedimiento de
- 5. la presente invención o el producto en polvo obtenido secando el concentrado pueden utilizarse para la manufactura de varias clases de producto, por ejemplo, helado, yogurt, bebidas de fruta y leche, bebidas de café con leche, biscuit, pan, etc. Y también puede manufacturarse a partir de los mismos una imitación de leche que no contiene lactosa utilizada para pacientes particulares, por ejemplo, intolerantes a la lactosa, si se utiliza un hidrato de carbono distinto de la lactosa como aditivo de hidrato de carbono, tal como dextrina de malta, sacarosa, almidón de maiz, etc. en la manufactura del concentrado de caseína. - - - - -
 - 10.
 - 15.

- Además, según el procedimiento de la presente invención, puede ajustarse opcionalmente el contenido de sales inorgánicas de sodio, potasio, calcio, magnesio, fósforo, cloro, hierro, etc. y sales de ácidos orgánicos tales como ácido láctico, ácido cítrico, etc. y la proporción de los mismos, y también la proporción de los componentes de grasas, proteína, hidratos de carbono, etc. Por lo tanto, los componentes de la fórmula mixta de lactantes es posible que se ajusten al contenido de cenizas y su proporción, y la composición de cada alimento apropiado como dieta para lactantes, personas de edad avanzada y adultos. - - - - -
- 20.
 - 25.

402848

22



En particular, como una dieta para lactantes y personas de edad avanzada, es necesario que el concentrado o el polvo contenga nutritivamente de 200 a 400 mg de calcio por 100 g de los mismos y con la presente invención es posible proporcionar calcio en una forma más digerible de micela de caseína combinada con proteína de caseína. - - - - -

5.

Según el procedimiento de la presente invención, pueden suministrarse fácilmente el concentrado o el polvo en grandes cantidades utilizando caseína de bajo precio, sin utilizar ningún aparato mecánico especial, que es excelente en solubilidad y estabilidad al calor como se ha descrito anteriormente, y que presenta una menor solidificación con oscurecimiento, un deterioro del sabor, etc., durante el almacenamiento y presenta una buena conservación en comparación con las anteriores fórmulas mixtas de lactantes. De todo lo anterior debe entenderse que la invención es aplicable de diversas maneras y en una gran variedad de procedimientos de preparación del concentrado dentro del campo de aplicación de las reivindicaciones anejas. - - - - -

10.

15.

20. Ejemplo 1

Se añadieron 595 g de caseína de ácido láctico comercial con la composición de 84% en proteína, 2,5% en cenizas, 12,0% en agua y 1,5% en otros elementos a unos 6 Kg de agua caliente a unos 50°C y se agitó para que se hincharan suficientemente. Por otra parte se disolvieron 40 g de fosfato tripotásico en 400 ml de agua y se añadieron a la disolu-

25.

402848  77121972

- ción de caseína ácida hinchada antes mencionada y se calentó a 75°C para disolverla completamente. Esta disolución de caseína tenía una concentración del 7% en proteína y un pH de 6,5. Se añadieron a la disolución de caseína anterior 25 g
5. de anhídrido del ácido cítrico disueltos en 200 ml de agua y la mezcla se enfrió a 10°C. Por otra parte, se disolvieron 36,8 g de cloruro cálcico ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), utilizando como un aditivo comestible, en 1 l de agua y la mezcla se enfrió a 10°C. - - - - -
10. Seguidamente, se añadió la disolución de cloruro cálcico a la disolución de caseína anterior poco a poco con agitación. La cantidad de ion calcio añadida fue de 20 mg por 1 g de proteína. La disolución mixta se calentó gradualmente hasta 70°C. La disolución micelar de caseína tenía una
15. turbidez de 1,4 (D.O.) cuando se midió por el método antes mencionado. Se añadieron y disolvieron en la misma 665 g de lactosa comestible y además 510 g de grasa vegetal refinada y 10 g de lecitina de semilla de soja (manufacturada por Ajinomoto Co., Ltd.) y después se homogeneizó bajo 150 Kg/cm^2 a
20. 70°C, y finalmente se pasteurizó a 90°C durante 10 minutos. La cantidad de precipitado centrifugado en esta disolución fue de 0,1 ml cuando se midió por el método antes mencionado. Se obtuvo una disolución de sacarosa por adición de 2,65 Kg de sacarosa a 4,0 Kg y se pasteurizó a 93°C durante 30 mi-
25. nutos y el líquido micelar homogenizado y pasteurizado antes descrito se llevó a un concentrador y se concentró al 74% en contenido en sólido. Entonces, la disolución concentrada se enfrió a 30°C y se añadió 1 g de lactosa para cebado, y se

402848

22 ABP



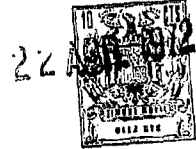
enfrió adicionalmente hasta 20°C obteniendo unos 5,8 Kg de un producto similar a la leche condensada grasa total conteniendo sacarosa. - - - - -

Ejemplo 2

- 5. Se añadieron 1,19 Kg de caseína de ácido láctico de la misma manera que en el Ejemplo 1 a unos 10 Kg de agua caliente a 50°C y se hincharon suficientemente. Por otra parte, se disolvieron 80 g de fosfato tripotásico en 1 l de agua y se añadieron a la disolución de caseína hinchada mencionada anteriormente y se calentó a 75°C para disolver la caseína completamente. Se añadió agua a la disolución de caseína de manera que el peso total llegue a ser 15 Kg, y la disolución se enfrió a 10°C. La disolución de caseína así obtenida tenía una concentración de alrededor de 6,7% en proteína y un pH de 6,5. - - - - -

- 15. Seguidamente, se disolvieron 36 g de ácido polifosfórico en 1 Kg de agua y se añadieron y mezclaron a la disolución de caseína. Subsiguientemente, se disolvieron 73,5 g de cloruro cálcico ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) para alimentos, 15 g de cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) para alimentos y 10 g de sal de mesa en 4 Kg de agua. La disolución acuosa se enfrió a 10°C y se añadió y mezcló con la disolución de caseína anterior con agitación. La cantidad de cationes en la disolución mixta era de 20 mg de ion calcio y 1,8 mg de ion magnesio por 1 g de proteína. Después de la mezcla, el líquido se calentó gradualmente a unos 70°C. El líquido micelar de caseína

402848



na tenía una turbidez de 1,52 (D.O.) cuando se midió por el método anteriormente descrito. - - - - -

Después de calentar, se añadieron 20 g de éster de ácido graso de la sacarosa disueltos en agua y 1,64 Kg de α -lactosa y se mezclaron y calentaron más hasta 75°C hasta disolverlos. Subsiguientemente, se añadieron 15 g de aceite de mantequilla a 2 Kg de la disolución mixta anterior calentada a 75°C y después de fundir, la mezcla se homogenizó. El líquido homogenizado se añadió y se mezcló con el líquido micelar de caseína anterior. También se disolvieron en agua 36 mg de vitamina B₂ y se añadieron a la mezcla. - - - - -

La disolución mixta final así obtenida se pasteurizó a 110°C durante 2 segundos en un pasteurizador del tipo de plato. - - - - -

La cantidad de precipitado centrifugado en este líquido pasteurizado era de 0,1 ml cuando se midió por el método anterior. Después de la pasteurización el líquido se concentró hasta un 38% en contenido en sólidos y 49 cP (50°C) en viscosidad y se secó por rociado en un secador de 170 a 180°C en la temperatura del aire de entrada y 85°C en la temperatura del aire de salida para obtener unos 2 Kg de un producto similar a una leche en polvo descremada con un contenido en agua del 3,1%. - - - - -

Ejemplo 3

Se añadieron 1,55 Kg de caseína del ácido láctico

402848

22. ABR 1950



comercial con la misma composición que en el Ejemplo 1 (1,3 Kg de proteína), a unos 10 Kg de agua a unos 50°C y se agitó para que se hinchara suficientemente. Por otra parte se mezclaron y disolvieron en agua 44 g de fosfato tripotásico y

5. 40 g de carbonato de potasio hasta una disolución de alrededor del 10%. La disolución se añadió a la disolución de caseína ácida hinchada anterior y se calentó de 75 a 80°C para disolver completamente la caseína. Se añadió agua a la disolución de caseína de manera que el peso total se ajustó a

10. 16 Kg, y la disolución se enfrió a 20°C. La disolución de caseína así obtenida tenía una concentración de proteína del 8,1% y un pH del 6,6. Seguidamente, se disolvieron 97,5 g de citrato de sodio comercial para aditivo de alimentos en agua hasta formar una disolución de alrededor de 10% y se añadió

15. y mezcló con la disolución de caseína anterior. La cantidad de citrato sódico añadida era alrededor de 75 mg por 1 g de proteína. Después de añadir la disolución de citrato sódico esta disolución de caseína mixta se enfrió a 10°C. - - - -

Seguidamente, se disolvieron 95,55 g de cloruro cálcico ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) para aditivo de alimentos, 21,76 g de cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) para aditivo de alimentos y

20. 3,35 g de lactato ferroso ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_6\text{Fe} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) para aditivo de alimentos en agua hasta 2 litros de cantidad total y la disolución se enfrió. La disolución de sal de calcio contenía 13

25. mg/ml de ion calcio, 1,3 mg/ml de ion magnesio y unos 0,3 mg/ml de ion hierro en total unos 14,6 mg/ml y una temperatura de unos 10°C. - - - - -

402848

22



La disolución de sal de calcio anterior se añadió a la disolución de caseína mezclada con la disolución de citrato sódico anterior con agitación. - - - - -

5. Seguidamente, la disolución mixta añadida a la disolución de sal de calcio se calentó lentamente hasta 70°C. La disolución de caseína se hizo turbia formando una micela de caseína. Este líquido micelar de caseína tenía una turbidez de 1,35 (D.O.) y un pH de 6,4 (20°C). - - - - -

10. Seguidamente, se añadieron al líquido micelar de caseína anterior grasas, emulsificantes, hidratos de carbono y elementos en pequeña proporción, por ejemplo vitaminas, etc. Primero se fundieron en un baño de agua 2,3 Kg de grasa vegetal pura refinada y se añadieron a la misma 46 g de lecitina de semilla de soja (manufacturada por Ajinomoto Co. Ltd.)
15. cantidad que corresponde al 2% de la grasa, como emulsificante y, después de dispersarlo suficientemente en la grasa, se añadieron al líquido micelar de caseína. También, se pesaron y disolvieron en agua caliente a unos 65°C 4,25 Kg de lactosa comercial (de una pureza en lactosa del 99,5%, de manera que
20. la concentración llegue a ser de un 4% y, después, se añadieron y se mezclaron a la disolución micelar de caseína. Y también se añadieron los elementos en pequeña proporción de la manera siguiente:

<u>Clase</u>	<u>Pureza</u>	<u>Cantidad añadida</u>
Aceite de Vitamina A	un millón UI/g	0,15 g
Vitamina B ₂	contenido en humedad 2,5%	0,1 g
Vitamina B ₁₂	80 γ/ml como soln. aq.	2,5 ml
Vitamina B ₂	64,000 UI/g	0,781 g
Aceite de vitamina E	Tocoferol total 0,8 g/g	0,938 g
Nicotinamida	Contenido en humedad 0,1%	0,609 g
Acido fólico	Contenido en humedad 0,5%	0,01 g

402848



Seguidamente, el líquido micelar de caseína mezclado con cada uno de los alimentos se homogenizó para dispersar las grasas y las vitaminas lipo solubles en dos pasos a la temperatura de 65°C bajo la presión de homogenización de 150 Kg/cm² y 50 Kg/cm² según el método convencional. - - - - -

5. El líquido homogenizado así sometido a la operación de homogenización se ajustó de manera que tuviera alrededor del 20% en contenido de sólidos y, después, se pasteurizó a 130°C durante 2 segundos en un pasteurizador de tipo plato.
10. El líquido después de la pasteurización tenía un pH de 6,35 y estaba libre de cuajado. Como resultado de la prueba de centrifugado anteriormente descrita sobre este líquido pasteurizado (concentración de proteína alrededor del 3,2%), la estabilidad al calor del líquido era tan buena que la cantidad de precipitado centrifugado era de 0,1 ml. Después de la pasteurización el pasteurizador de plato se desmontó y se observó su superficie de calentamiento y, como resultado, no se adhirió ningún coagulado sobre la misma y el estado era el mismo que en el caso de pasteurizar leche total, leche descremada, etc. - - - - -
- 15.
- 20.

El líquido micelar de caseína después de la pasteurización se concentró hasta alrededor del 45% en contenido en sólidos y 26 cP (a 50°C) de viscosidad, por medio de un concentrador de tipo plato. Durante la operación de concentrado la concentración tuvo lugar en una condición tan buena que la formación de espuma del líquido concentrado se redujo, y se presentó casi la misma viscosidad que la de la leche total

25.

402848



evaporada y además, no se encontró sobre la superficie de calentamiento del concentrador ninguna adherencia de coagulado de proteína, grumos de leche, etc. - - - - -

5. Seguidamente, el líquido concentrado se secó por aspersión a una temperatura de introducción de aire caliente de 160°C y a una temperatura de descarga de aire de 85°C por medio de un secador de rociado centrífugo. El polvo obtenido tenía un contenido en humedad del 2,4% y dió un rendimiento de unos 7,5 Kg. - - - - -

10. Seguidamente, se mezclaron 1,01 Kg de azúcar de caña molido, 0,64 Kg de polvo de dextrina de malta, y pequeñas proporciones de acetato de vitamina A (0,182 g), nitrato de vitamina B₁ (0,045 g), vitamina B₆ (0,001 g), vitamina C (2,31 g), pantotenato cálcico (0,144 g), cistina (2,75 g),
15. etc. con 7,50 Kg del polvo obtenido por secado por rociado y se mezcló uniformemente para preparar el producto final. - -

El producto final tenía los valores analíticos siguientes en composición general y en composición de cenizas:

Composición general, %:

20.	Grasa	23,1
	Proteína	12,8
	Hidratos de carbono y otros	60,0
	Cenizas	1,9
	Humedad	2,2

25. Composición de cenizas, mg/100 g

Na	200;	Ca	268;
P	190;	K	465;
Mg	27;	Cl	580;

402848



N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

5. 1.- Procedimiento para la preparación de un concentrado de proteína caseína, caracterizado por disolver una sal de ácido orgánico y/o polifosfato en una cantidad determinada por la fórmula

$$\log y = 0,0384 x + (0,80 \pm 0,35)$$

10. donde y es el número de mg de sal orgánica y/o de polifosfato por 1 g de proteína caseína y x es el número de mg de ion calcio por 1 g de proteína caseína, en una disolución de caseína obtenida por disolución de una caseína ácida en una disolución alcalina, mezclar con la misma una disolución de sal de calcio en una cantidad tal que el ion calcio llegue a ser de 10 a 40 mg por 1 g de proteína caseína a una temperatura inferior a 50°C, ajustar después el pH de la disolución mixta resultante de manera que llegue a ser de 6,2 a 6,8 después del precalentamiento del paso subsiguiente, precalentar gradualmente la disolución a una temperatura de por lo menos 65°C con agitación para formar una micela de caseína, añadir un emulsificante y grasas animales o vegetales, hidratos de carbono, vitaminas u otros nutrientes al líquido micelar de caseína y homogenizar, pasteurizar y concentrar el líquido micelar de caseína. - - - - -

25.

402848



2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el mencionado ácido orgánico se escoge entre el ácido láctico, ácido tartárico, ácido succínico y ácido cítrico y el mencionado polifosfato se escoge entre el pirofosfato, metafosfato, polimetafosfato y tetrafosfato. - - -

5.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el mencionado emulsificante se escoge entre un éster de ácido graso del glicerol, un éster de ácido graso de la sacarosa, un éster de ácido graso de la sorbita, un éster de ácido graso del propilenglicol y la lecitina de la semilla de soja. - - - - -

10.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de emulsificante añadida está dentro del intervalo de 0,5 a 5% basado en el contenido más elevado ya sea de proteína o de grasa en el producto final. -

15.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de un concentrado de proteína caseína, para la intolerancia de lactosa, caracterizado porque dichos hidratos de carbono son distintos de la lactosa. - - - - -

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza una sal que contiene magnesio y/o una sal que contiene hierro con la sal de calcio para ajustar la composición de cenizas del producto final en una cantidad tal que la cantidad total de dicho catión y del ion calcio esté dentro del intervalo de 10 a 40 mg por 1 g de

20.

25.

Pa

402848

22



proteína caseína. -----

7.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN CON-
CENTRADO DE PROTEINA CASEINA". -----

5. Todo ello conforme se describe y reivindica en la
presente memoria que consta de treinta y tres hojas, foliadas
y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 22 ABR. 1972

P. A. M. CURELL SUÑOL

mts.