



УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **101340**

(13) **C2**

(51) МПК

**A23J 1/20** (2006.01)

**A23J 3/10** (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: **а 2010 06829**

(22) Дата подання заявки: **02.11.2008**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на винахід: **25.03.2013**

(31) Номер попередньої  
заявки відповідно до  
Паризької конвенції: **60/985,135**

(32) Дата подання  
попередньої заявки  
відповідно до  
Паризької конвенції: **02.11.2007**

(33) Код держави-учасниці  
Паризької конвенції,  
до якої подано  
попередню заявку: **US**

(41) Публікація відомостей  
про заявку: **12.07.2010, Бюл.№ 13**

(46) Публікація відомостей  
про видачу патенту: **25.03.2013, Бюл.№ 6**

(86) Номер та дата  
подання міжнародної  
заявки, поданої  
відповідно до  
Договору РСТ **PCT/US2008/082175,  
02.11.2008**

(72) Винахідник(и):

**Ур-Рімен Шакіл (US),  
Данкер Джон М. (US)**

(73) Власник(и):

**СИЛЕКТ МІЛК ПРОДЮСЕРЗ, ІНК.,  
320 West Hermosa Drive, Artesia, NM 88210,  
United States of America (US)**

(74) Представник:

**Вуліх Олександр Наумович, реєстр.  
№102**

(56) Перелік документів, взятих до уваги  
експертизою:

KULOZIK ET AL.: 'Membrane Fractionation of Dairy Proteins by Means of Microfiltration' ENG. LIFE SCI. vol. 2, no. 9, September 2002  
ROSENBERG ET AL: "Current and future applications for membrane processes in the dairy industry", TRENDS IN FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, GB, vol. 6, no. 1, 1 January 1995 (1995-01-01)  
GOVINDASAMY-LUCEY S ET AL: "Use of Cold Microfiltration Retentates Produced with Polymeric Membranes for Standardization of Milks for Manufacture of Pizza Cheese", JOURNAL OF DAIRY SCIENCE, AMERICAN DAIRY SCIENCE ASSOCIATION, US, vol. 90, no. 10, 1 October 2007 (2007-10-01)  
BRANDSMA R L ET AL: "DEPLETION OF WHEY PROTEINS AND CALCIUM BY MICROFILTRATION OF ACIDIFIED SKIM MILK PRIOR TO CHEESE MAKING", JOURNAL OF DAIRY SCIENCE, AMERICAN DAIRY SCIENCE ASSOCIATION, US, vol. 82, no. 10, 1 October 1999 (1999-10-01)  
US 6485762 B1, 26.11.2002

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ КАЗЕЇНУ

(57) Реферат:

Винахід належить до способу одержання казеїну, у якому (i) сепароване молоко піддають пастеризації при температурі не більше 73 °С протягом не більше 16 секунд з одержанням первісного продукту, (ii) первісний продукт фільтрують методом мікрофільтрації, причому первісний продукт має рН від 6,5 до 6,8, а під час мікрофільтрації підтримують температуру 5-15 °С, (iii) розділяють первісний продукт на фільтрат, який містить сироватковий білок, і концентрат, який містить міцелярний казеїн, причому співвідношення між міцелярним казеїном та сироватковими білками у концентраті становить 90:10.

UA 101340 C2



Посилання на пов'язані заявки

[0001] Ця заявка заявлена з пріоритетом за попередньою заявкою США № 60/985,135 від 2 листопада 2007 р.

Галузь техніки

5 [0002] В одному аспекті винахід спрямований на створення способу, який включає мікрофільтрацію молока, створення продукту, який може служити як джерело казеїну, та іншого продукту, який може служити як джерело сироваткового білка. В іншому аспекті винахід спрямований на одержання таких молочних продуктів, як казеїн, молочні напої, концентрати молочного білка та сир, з концентрату мікрофільтрації. Також винахід спрямований на  
10 створення композицій, одержуваних з сепарованого молока, що можуть служити джерелом сироваткового білка. Втілення винаходу забезпечує застосування полімерних мембран на стадії мікрофільтрації.

Передумови створення винаходу

15 [0003] У відомій технології сироварства розбавлений побічний сироватковий продукт після коагуляції може бути підданий ультрафільтрації з метою концентрування сироваткових білків (також відомих як серопротейни) для одержання концентрату сироваткового білку або ізоляту сироваткового білку. Таким чином одержують різноманітні з точки зору складу та функцій продукти з сироваткового білку, що вимушує виробників харчових продуктів шукати інші джерела білку. Крім того, у традиційному сироварстві властивості сироваткових білків також  
20 змінюються.

[0004] Відомі способи спрямовані на одержання з молока осаду казеїну та сироваткового білка і включають стадії нагрівання для денатурації сироваткового білка, потім охолодження та підкислення, щоб осадити казеїн. Стадія підкислення змінює природу виділених білків.

Сутність винаходу

25 [0005] Метою досліджень, які призвели до створення цього винаходу, була розробка економічно виправданого способу одержання казеїну із сепарованого молока з одночасним одержанням збагаченого сироваткового білка із сепарованого молока, який зберігає свій природний стан. Поставлена мета досягається тим, що сепароване молоко піддають мікрофільтрації з одержанням концентрату з високим виходом білка та високим вмістом казеїну,  
30 причому з цього концентрату можна виробляти казеїн, казеїнат, концентрат молочного білка або сир, а також інші вироби, як от дитяче харчування, парентеральне харчування, харчові та лікарські продукти, придатні для хворих, які одержують позашлункове харчування. Казеїн, присутній у концентраті мікрофільтрації, являє собою міцелярний казеїн, оскільки цілісність міцел казеїнів при мікрофільтрації не порушується. Крім того, утворюється фільтрат - відмінне  
35 джерело природних сироваткових білків з високою поживною цінністю. У протилежність до цього, у традиційній технології стабільність природних міцел казеїну втрачається завдяки підкисленню, якщо йдеться про кислі казеїни, або завдяки сичужному зсіданню (доданню протеолітичного ферменту) у випадку сичужних казеїнів.

40 [0006] В одному аспекті цей винахід спрямований на створення способу одержання із сепарованого молока концентрованого молочного продукту, багатого на казеїн, та іншого продукту, який є джерелом сироваткового білка, причому у зазначеному способі сепароване молоко піддають мікрофільтрації з одержанням концентрату, який являє собою концентрований молочний продукт, багатий на казеїн, та фільтрату, який є джерелом сироваткового білку.

45 [0007] Як правило, мікрофільтрацію здійснюють при температурі від 5° до 55 °C та pH від 6,0 до 6,8 при коефіцієнті концентрування від 3 до 6 разів протягом 1-18 годин.

[0008] Концентрат мікрофільтрації (МФ-концентрат) виснажений щодо сироваткового білка та містить багато казеїну (70-75 мас. %) у порівнянні з 30 % вмістом сумарної твердої фази у сепарованому молоці, що переробляється. Фільтрат мікрофільтрації (МФ-фільтрат) містить 90-98 % сироваткового білка з первісного сепарованого молока і, як правило, майже або зовсім не  
50 містить казеїну. У найкращому варіанті мікрофільтрацію здійснюють на мембрані з розміром пор 20000-200000 дальтонів (тобто з розміром пор, у які можуть пройти молекули з молекулярною масою не більше 20000-200000 дальтонів – прим. перекл.) під тиском 10-40 фунтів/кв.дюйм (70-275 кПа). У кращому варіанті мікрофільтрацію ведуть так, щоб одержати концентрат, у якому концентрація речовин в 5-6 разів більше їх концентрації у сепарованому молоці, зберігаючи при  
55 цьому pH первісного молочного матеріалу, тобто від 6,5 до 8.

[0009] Втілення винаходу забезпечує проведений мікрофільтрації на мембрані з молекулярною масою відсічки 200000 дальтонів під максимальним робочим тиском 20 фунтів/кв.дюйм (138 кПа).

60 [00010] В альтернативному варіанті винахід спрямований на створення способу виробництва сиру, у якому: (а) готують суміш концентрату, одержаного, як описано вище, з

молочним жиром у співвідношенні білок: жир на рівні 15 % від того, що має місце у готовому сирі; (б) утворюють з цієї суміші гомогенне молоко для виготовлення сиру; (в) додають підкислювач та/або закваску, щоб забезпечити належну та типову кислотність у готовому сирі, що виготовляється; (г) додають сичужний фермент, щоб спричинити утворення згустку; (д) нарізають згусток, нагрівають його та дають стекти сироватці, якщо вона є, з одержанням сирної маси, яка містить від 44 до 56 % вологи; (є) формують із сирної маси готовий сир. Одержана сироватка майже або зовсім не містить сироваткових білків у порівнянні з підсирною сироваткою у відомому способі.

[00011] У цьому документі термін "мікрофільтрація" означає різновид фільтрації, у якому звичайно використовують мембрани з розміром пор від 0,05 до 0,2 мкм та тиск на вхідному боці мембрани у межах 10-40 фунтів/кв.дюйм (70-275 кПа).

[00012] У цьому документі термін "концентрат" означає у зв'язку з процесом мікрофільтрації рідкий продукт мікрофільтрації сепарованого молока, який є концентрованим первісним сепарованим молоком і який містить усі компоненти сепарованого молока, але з підвищенням (у порівнянні з натуральним сепарованим молоком) вмістом твердої фази - казеїну, жиру та мінералів (золи), головним чином, кальцію, фосфору та магнію.

[00013] У цьому документі термін "фільтрат" означає у зв'язку з процесом мікрофільтрації рідкий продукт мікрофільтрації сепарованого молока, що містить лише ті компоненти сепарованого молока, які здатні пройти крізь мікрофільтраційну мембрану. Фільтрат мікрофільтрації сепарованого молока звичайно містить воду, лактозу, сироваткові білки та мінерали (золу), головним чином, кальцій, фосфор, магній, натрій та калій.

[00014] У цьому документі термін „коефіцієнт концентрування" означає зменшення об'єму відносно первісного об'єму сепарованого молока до певної величини й розраховується шляхом ділення первісного об'єму сепарованого молока, що надходить на мікрофільтрацію, на об'єм концентрату.

Докладний опис варіантів здійснення винаходу

[00015] Втілення винаходу спрямоване на створення способу одержання з сепарованого молока концентрованого молочного продукту та іншого продукту, що слугує джерелом сироваткового білка, згідно з яким сепароване молоко піддають мікрофільтрації з утворенням концентрату, який являє собою концентрований молочний продукт, та фільтрату - продукту, який є джерелом сироваткового білка, причому мікрофільтрацію проводять таким чином, щоб одержати концентрат з коефіцієнтом концентрування 3-6 відносно первісного сепарованого молока, низьким вмістом сироваткового білка та підвищеним вмістом казеїну у порівнянні з первісним сепарованим молоком, та фільтрат, який містить 90-98 % сироваткового білка первісного сепарованого молока і майже або зовсім не містить казеїну.

[00016] Мікрофільтрація сепарованого молока являє собою протеїн-селективний процес, у якому звичайно весь казеїн залишається у концентраті, а переважна частина сироваткового білка переходить у фільтрат.

[00017] Переважно мікрофільтрацію здійснюють у гомогенному трансмембранному напірному циклі, причому концентрат циркулює у циклі, що містить мікрофільтраційну мембрану, а фільтрат проходить крізь мікрофільтраційну мембрану єдиним потоком, і концентрат одержується як інший продукт після повного виділення фільтрату.

[00018] Розмір пор мікрофільтраційної мембрани може становити, наприклад, від 0,05 до 0,2 мкм, краще від 0,1 до 0,2 мкм, а оптимально становить 0,2 мкм.

[00019] Однорідний трансмембранний тиск може знаходитися у межах, наприклад, 10-40 фунтів/кв.дюйм (70-275 кПа).

[00020] На вхід системи подають сепароване молоко, краще таке, що було піддане високотемпературній короткостроковій пастеризації, наприклад, при температурі 73 °C принаймні 15 секунд, при 72 °C - принаймні 16 секунд, або при будь-якій подібній комбінації часу та температури.

[00021] Переважно у системі підтримують температуру 5-15 °C для забезпечення оптимальної течії, але не допускаючи у суттєвому ступені спричинених теплом шкідливих реакцій між казеїнами та сироватковими білками. Кращий інтервал температур для роботи системи становить 10-15 °C.

[00022] Як зазначалося вище, мікрофільтрацію проводять так, щоб довести концентрат до коефіцієнту концентрування (КК) 3-6 разів у порівнянні з первісним сепарованим молоком. Як вказано вище, це означає, що об'єм концентрату зменшується від первісного об'єму (ПО) сепарованого молока до об'єму (1/КК) (ПО), отже, скорочення об'єму становить від біля 67 % (3-кратне) до біля 84 % (6-кратне).

[00023] В одному з варіантів здійснення винаходу МФ-концентрат містить підвищену частку твердої фази казеїну та малу частку сироваткового білка, у порівнянні з первісним сепарованим молоком, і може характеризуватися як збагачений на казеїн.

[00024] Концентрат легко переробляється на сир, для чого його змішують з молочним жиром (наприклад, маслом або вершками, у тому числі пластичними, тобто з високою жирністю) до приблизного співвідношення білок: жир, яке бажано отримати у готовому сирі, утворюють гомогенне молоко для виробництва сиру, додають підкислювач (наприклад, глюконо-дельта-лактон) та/або закваску, щоб забезпечити потрібну кислотність готового сиру, додають сичужний фермент, щоб спричинити утворення згустку, нарізають сирну масу, нагрівають її та дають стекти сироватці, якщо вона є, після чого формують голівку готового сиру.

[00025] Той саме концентрат придатний для одержання різноманітних харчових композицій, придатних для дітей, літніх людей та інших осіб зі шлунково-кишковими розладами.

[00026] Продукти з концентрату придатні для виробництва сирів з підвищеним вмістом кальцію та сирної сироватки із значно меншим вмістом білка у порівнянні з одержаними ультрафільтрацією повноцінними сирами, отже, з них зручніше виробляти напівтверді сири, ніж з концентратів ультрафільтрації. В усіх дозрілих сирах сироваткові білки, як правило, втрачаються, але у деяких термокоагульованих сирах сироваткові білки зв'язуються з казеїнами завдяки високій температурі оброблення.

[00027] У сирах, вироблених з цільного молока, розчинні білки втрачаються у сироватці та денатуються у ході виробництва. При застосуванні МФ-концентрату молока у сироварстві розчинні білки молока у первісній формі сепаруються до початку одержання сиру. Застосування МФ-концентрату дозволяє сироварам уникнути труднощів з утилізацією сироваткових білків та підвищити продуктивність за рахунок збільшення виходу сиру з кожної ванни.

[00028] МФ-фільтрат не містить мікроорганізмів, має постійний склад (такий, що не змінюється у залежності від виду сиру, одержаного з концентрату, бо з однієї концентратної композиції можна одержувати декілька видів сиру) та містить у промисловій кількості високофункціональні (не денатуровані, у первісному стані, тобто такі, що зберігають природну біохімічну активність) сироваткові білки (серопротеїни). Він нагадує сироватку звичайного сироварства за вмістом лактози, сумарного протеїну та золи, але, на відміну від сирної сироватки, практично не містять жиру або казеїну та зовсім позбавлений глікомакропептидів, сичужного ферменту та закваски. Відсутність жиру є позитивною якістю, особливо для поліпшення функціональних властивостей одержаного з сироваткового білка концентрату або ізоляту. Завдяки своїй стерильності та чистоті ці продукти, як правило, позбавлені характерного „сироваткового запаху”, на відміну від сироватки з традиційного виробництва сиру. Вони містять імуноглобуліни, лактоферини, лактопероксидазу,  $\alpha$ -лактальбумін та  $\beta$ -лактоглобулін, і всі ці речовини можна виділити з них.

[00029] Фільтрат легко перетворюється на поживні м'які напої, газовані або негазовані, наприклад, створенням композицій, яка містить за масою 6-10 % твердих речовин фільтрату, 5-15 % цукру, 1-2 % смол/стабілізаторів та смакових добавок, фарбників, а за потреби лимонної або аскорбінової кислоти. Для приготування напоїв фільтрат можна змішувати з соками, наприклад, апельсиновим, яблучним та виноградним. Фільтрат можна обробляти ферментами для гідролізу лактози, щоб уникнути шкідливої дії молочного цукру на хворих, які не переносять лактози. Фільтрат можна висушувати розпилювальною сушкою або виморожуванням, з одержанням сухого джерела сироваткового білка.

[00030] З фільтрату можна одержувати сироваткові білки (серопротеїни). Наприклад, бета-лактоглобулін з фільтрату може бути очищений афінною адсорбцією з використанням хітозану (подрібнені морські раковини) у ролі адсорбента, який переважно зв'язує  $\beta$ -лактоглобулін, та разом зі змінними кислотними та лужними умовами; таким чином виділяють  $\beta$ -лактоглобулін чистотою до 85 %.

[00031] Очищені сироваткові білки знаходять застосування у поживних рідинах для літніх осіб або хворих з порушеним імунітетом, дитячому харчуванні ( $\alpha$ -лактальбумін), молекулярній біології (фактори росту клітин), функціональних харчових добавках та компонентах високофункціональної їжі (особливо  $\beta$ -лактоглобулін).

[00032] Розчинні молочний білок ( $\alpha$ -лактальбумін) та  $\beta$ -лактоглобулін можна розділяти між собою шляхом нагрівання МФ-фільтрату при 50 °C з наступною ультрафільтрацією.  $\beta$ -лактоглобулін залишається на УФ-мембрані, а  $\alpha$ -лактальбумін переходить до фільтрату. Обидва білки зберігають свій функціональний стан і посідають різні корисні для здоров'я властивості.

[00033] У альтернативному варіанті здійснення винахід передбачає виготовлення фруктового напою, який містить 10-30 мас. % концентрату фруктового соку, 5-8 мас. % цукру та 62-85 мас. % фільтрату мікрофільтрації.

5 [00034] Концентратом фруктового соку може бути, наприклад, концентрат апельсинового, виноградного, яблучного, грейпфрутного, мандаринового, журавлинного, мангового, гранатового соків, соку ківі або інші подібні концентрати соків та їх суміші.

[00035] Фруктовий напій на основі концентрату апельсинового соку містить 10-25 мас. % концентрату апельсинового соку, 5-8 мас. % цукру та 67-85 мас. % фільтрату мікрофільтрації.

10 [00036] Далі винахід пояснюється кількома прикладами здійснення.

Приклад I

Мікрофільтрація сепарованого молока з одержанням концентрату з коефіцієнтом концентрування 3-6 та фільтрату

15 [00037] Сепароване молоко було сепароване для одержання міцелярного казеїну. Його піддали мікрофільтрації (МФ). У ході МФ казеїновий компонент сепарованого молока концентрували 6-кратно. Лактоза, мінерали та сироваткові білки (серопротейни) переважно перейшли у МФ-фільтрат. МФ-концентрат містив здебільшого казеїни. Співвідношення між казеїнами та сироватковими білками у сепарованому молоці становило 80:20, а завдяки МФ воно змінилося до 90:10. Казеїн у МФ-концентраті міцелярний, бо цільність міцел казеїнів у ході МФ-процесу не порушується. Крім того, у способі згідно з винаходом не застосовується  
20 підкислення з метою виділення міцелярного казеїну. Казеїни у МФ-концентраті мають ту саму форму, що у сирому молоці. Далі наводиться таблиця, де вказаний склад поживних речовин у міцелярному казеїні, одержаному згідно із способом за винаходом.

Продукт	Кальцій, мг/100 г	Сума мінералів, %	Казеїн, %	Тверда фаза, %
Сепароване молоко	130-140	0,69-0,71	2,42-2,45	9,79-8,92
Рідкий міцелярний казеїн	390-410	1,40-1,60	10-12	17-20

25 Приклад II

[00038] Поживну композицію одержують з МФ-концентрату, який має будь-який з таких складів:

[00039] Жир = 0,6-1 %; білок = 10-11 %; лактоза - 0,5-1 %; або

[00040] Жир = 0,1-0,3 %; білок = 4-8 %; лактоза = 0,1-0,5 %.

30 Приклад III

[00041] Поживний напій, одержаний з МФ-фільтрату, має такий склад:

[00042] Жир=0 %; розчинний білок, або білок з найвищою біологічною цінністю = 2-4 %; лактоза=2-6 %.

## 35 ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб одержання казеїну, у якому:

(i) сепароване молоко піддають пастеризації при температурі не більше 73 °C протягом не більше 16 секунд з одержанням первісного продукту,

40 (ii) первісний продукт фільтрують методом мікрофільтрації, причому первісний продукт має рН від 6,5 до 6,8, а під час мікрофільтрації підтримують температуру 5-15 °C,

(iii) розділяють первісний продукт на фільтрат, який містить сироватковий білок, і концентрат, який містить міцелярний казеїн, причому співвідношення між міцелярним казеїном та сироватковими білками у концентраті становить 90:10.

45 2. Спосіб за п. 1, у якому мікрофільтрацію ведуть так, щоб одержати концентрат, у якому концентрація речовин в 5-6 разів більше їх концентрації у сепарованому молоці.

3. Спосіб за п. 1, у якому мікрофільтрацію здійснюють на мембрані з розміром пор від 20000 до 200000 дальтон.

4. Спосіб за п. 3, у якому тиск на мембрану становить 10-40 фунтів/кв. дюйм (70-275 кПа).

50

Комп'ютерна верстка І. Мироненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601