



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0917837-6 B1

(22) Data do Depósito: 28/08/2009

(45) Data de Concessão: 08/08/2017



(54) Título: PRODUTO DE LEITE LIVRE DE LACTOSE E DE BAIXA LACTOSE E PROCESSO PARA PRODUÇÃO DESTES

(51) Int.Cl.: A23C 9/00; A23C 9/14; A23C 9/146; A23C 9/142

(30) Prioridade Unionista: 29/08/2008 US 12/201,301, 29/08/2008 FI 20085809

(73) Titular(es): VALIO LTD

(72) Inventor(es): REETTA TIKANMÄKI; HARRI KALLIOINEN

“PRODUTO DE LEITE LIVRE DE LACTOSE E DE BAIXA LACTOSE E PROCESSO PARA PRODUÇÃO DESTES”.

CAMPO DA INVENÇÃO

A invenção refere-se a um produto de leite livre de lactose e um de baixa lactose e a um processo para produção destes. A lactose no material cru de leite é hidrolisada completamente ou parcialmente, e as proteínas, minerais e açúcares são separados em diferentes frações. A invenção se refere particularmente ao uso de uma técnica de filtração por membrana na separação das proteínas, minerais e açúcares.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Diversos processos para produção de leite livre de lactose e de baixa lactose com uso de técnicas de membrana são conhecidos. Um processo enzimático convencional para dividir a lactose é também de forma geral conhecido no campo, o processo compreende uma etapa de adição de lactose a partir de fungo ou levedura ao leite de tal forma que a lactose é dividida em monossacarídeos, isto é, glicose e galactose, em mais de 80%.

Diversos processos de filtração por membrana têm sido apresentados para remover a lactose do material cru de leite. Quatro processos de filtração por membrana básicos são geralmente usados: osmose reversa (RO), nanofiltração (NF), ultrafiltração (UF), e microfiltração (MF). Desses, a UF é principalmente adequada para separar a lactose a partir do leite. A osmose reversa é geralmente aplicada para concentração, à ultra e microfiltração para fracionamento e a nanofiltração tanto para concentração como para fracionamento. Um processo de remoção de lactose baseado em uma técnica de membrana é descrito na publicação WO 00/45643, por exemplo, em que a lactose é removida por ultrafiltração e diafiltração. Quando processos de filtração são usados, o problema normalmente criado é a geração de frações laterais, tais como um permeado ou frações de lactose. O Pedido publicado US 2007/0166447 revela o uso de uma fração retentado de NF contendo lactose gerada como uma fração lateral como o material cru de fermentação na produção de iogurte, por exemplo.

Estudos recentes têm de fato sido concentrados na filtração por membrana de leite e o uso de tal leite filtrado de baixo carboidrato na produção de produtos diários, tais como queijo, sorvete e iogurte. É comum aos conhecidos processos de filtração por membrana de multi-etapas compreender diversos
5 diferentes processos cujos processos incluem a adição separada de água, a qual não se origina do material cru de leite, para diluir os componentes do leite e para obter uma doçura adequada nos produtos de leite que contêm pouco carboidrato (isto é, lactose). É particularmente problemático no campo que um produto que contém líquido que não se origine completamente a partir do material cru de leite
10 não possa ser chamado de leite. É também comum para processos conhecidos que a lactose residual não seja removida até a partir do material cru de leite filtrado por membrana.

É conhecido no campo que um problema com as técnicas de membrana em geral é que durante a ultrafiltração não somente a lactose é
15 removida do leite, mas também alguns dos minerais que são significantes para o sabor do leite e produtos de leite preparados deste. Controlar o conteúdo mineral é particularmente problemático no campo e a perda extensiva resulta dos processos conhecidos, e é por isso que estes minerais devem normalmente ser retornados ou adicionados separadamente.

20 Normalmente processos de membrana também produzem, por exemplo, fluidos secundários contendo minerais e contendo açúcar, os quais não podem ser explorados eficientemente e os quais também aumentam a carga de água desperdiçada, requerem processamento adicional e aumentam o custo.

A publicação WO 2005/074693 revela o uso da tecnologia de
25 membrana na produção de leite livre de lactose. É típico do processo que o retentado de ultrafiltração seja diluído em água, resultando em um teor de lactose de cerca de 3,0%. A lactose residual é hidrolisada por meio de enzimas.

A publicação WO 03/094623 A1 revela um processo no qual um
30 produto de leite é ultrafiltrado, nanofiltrado e concentrado por osmose reversa, depois dos quais os minerais removidos durante a ultrafiltração são devolvidos ao

retentado de UF. A lactose residual do produto de leite de baixa lactose assim obtido é hidrolisada com uma enzima lactase em monossacarídeos, através do qual um produto de leite livre de lactose é produzido. Com este processo, a lactose é removida do leite sem afetar as propriedades organoléticas do produto de leite em preparação. No processo para produzir um produto de leite, é adicionada água não originária de nenhum dos passos de dito processo. Além disso, o processo produz minerais que contêm fluidos secundários, os quais não podem ser utilizados no processo e os quais requerem pós-processamento.

A publicação de Patente KR20040103818 descreve um processo para a produção de leite de baixa lactose, que compreende leite de nanofiltração hidrolisado com lactose para remover parcialmente galactose e glicose e adicionar água ao retentado de nanofiltração para alcançar uma doçura adequada. Choi et al. (Asian- Aust. J. Anim. Sci 20 (6) (2007) 989 - 993) descrevem um processo para a produção de leite hidrolisado por lactose, em que o leite cru é hidrolisado com [beta]- galactosidase (5.000 atividades de lactose unid./g, Validase, Valley Research) parcialmente (0,03%; 4^oC, 24 horas) ou 'completamente' (0,1 %; 40 h), tratado por calor para iniciar a enzima (72^oC, 5 min.), resfriado a 45 a 50^oC, e nanofiltrado a uma pressão de aproximadamente 9 a 10 bars (130 a 140 psi; fator de concentração 1.6). Água foi adicionada ao retentado de NF e o tratamento de calor foi realizado a 65^oC por 30 min. Os processos revelados em ditas publicações e compreendendo uma etapa de hidrolise, tratamento de calor da enzima, nanofiltração e adição de água são adequados como tal para a produção de um produto de leite sem adição separada de água. O processo também compreende tratamento de calor separado para iniciar a enzima e para eliminar problemas microbiológicos na etapa de filtração (isto é, em filtração de NF em um ambiente quente). Os altos requerimentos de higiene de processamento de leite também impõem limitações nos processos industriais. No processamento industrial de material cru de leite e processos de membrana, uma temperatura de, por exemplo, 10^oC é geralmente desejável para eliminar problemas microbiológicos.

É então desejável fornecer processos para controlar também os

fluidos secundários no processo e recuperá-los de forma mais eficiente que a presente, a qual também permite novos tipos de aplicações. Assim, os processos são feitos ainda mais efetivos. No entanto, é extremamente desafiador alcançar produtos tendo um sabor e estrutura completamente sem defeitos e que vá ao encontro das expectativas dos consumidores de um produto de leite aceitável de forma organolética e que seja produzido de forma econômica e simples sem adição separada de água.

Um processo para a produção de produtos de leite livre de lactose e de baixa lactose que são completamente sem falhas em suas propriedades organoléticas sem quaisquer custos extras foi agora inesperadamente inventada. O processo da invenção permite um mais eficiente e simples controle de componente de leite quando comparado com processos convencionais sem custos adicionais especiais e com perdas minimizadas. Não é necessária adição separada de água na produção de um produto de leite. Adicionalmente, o processo da invenção não gera fluidos secundários que requerem pós-processamento, fazendo o processo mais eficiente.

BREVE DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

A presente invenção fornece uma nova solução para evitar necessidades problemáticas que chegam à produção tanto de baixa lactose, livre de lactose e baixo carboidrato quanto na produção de produtos de leite enriquecido com proteína que têm uma composição de proteína modificada para a adição separada de água e os problemas associados com as características organoléticas, particularmente o sabor, de tais produtos de leite por um processo, em que a lactose no material cru de leite é hidrolisada, proteínas, açúcares e minerais sendo separados a partir do material cru de leite hidrolisado em diferentes frações pela técnica de membrana. O produto de leite desejado pode ser preparado a partir de frações separadas sem qualquer adição separada de água.

A invenção fornece um processo para a produção de produtos de leite livre de lactose e de baixa lactose, sendo o processo caracterizado pelo que é declarado nas reivindicações independentes. A invenção também fornece um

produto de leite livre de lactose e de baixa lactose produzido a partir de diferentes frações obtidas pelo processo da invenção. O processo da invenção permite a produção de produtos de leite livre de lactose de baixa lactose de uma maneira simplificada e melhorada, que resulta na não necessidade por
5 suplementação/adição separada de água, sair e/ou proteína, sendo os subprodutos particularmente adequados para uso em várias aplicações na mesma unidade de produção.

Todos os subprodutos obtidos como um resultado do processo de acordo com a invenção são produtos comuns diários e dos fluidos secundários
10 produzidos no processo podem ser adicionalmente explorados no processo da invenção. O processo não deixa produtos ou fluidos secundários, os quais devem ser processados ou separados de um modo excepcional. O qual significa que a carga de água desperdiçada é minimizada.

Adicionalmente, perdas de proteína e mineral típicas dos produtos de
15 leite livre de lactose e de baixa lactose em particular são evitadas e especialmente a recuperação de soluções aquosas diluídas geradas no processo é melhorada.

A invenção fornece adicionalmente um processo que é simples, econômico e industrialmente aplicável em larga escala e não provoca custos adicionais.

20 Foi inesperadamente descoberto que a hidrólise completa ou parcial de lactose em um material cru de leite por meio de técnica de filtração por membrana resultou em controle eficiente da água do processo e a taxa de minerais e proteínas. Da mesma forma, a invenção fornece um processo para tratar os componentes do material cru de leite desnatado hidrolisado de uma forma
25 permitindo a utilização eficiente dos fluidos gerados no processo, isto é, soluções aquosas diluídas, sem qualquer necessidade de adição separada de água no processo.

O produto de leite produzido pelo processo da invenção tem as características organoléticas desejadas, contém um número mínimo de
30 carboidratos e contém componentes nutricionais em uma quantidade comparável

ao menos com o leite normal.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Como um aspecto, a invenção se refere a um processo para produzir um produto de leite livre de lactose de baixa lactose, o processo compreende:

- 5 a) hidrolisar a lactose em um material cru de leite e sujeição de um material cru de leite a uma filtração por membrana,
- b) adicionalmente processar ao menos uma porção de uma ou mais frações obtidas na etapa a) por técnica de membrana,
- c) se desejado, sujeitar ao menos uma porção de uma ou mais
- 10 frações obtidas na etapa a) e/ou b) para evaporação e/ou para separação cromatográfica, para separar proteínas, açúcares e minerais em diferentes frações,
- d) compor um produto de leite que tem a composição e doçura desejadas a partir de uma ou mais frações obtidas na etapa a) e/ou a partir de uma ou mais frações obtidas na etapa b) e possivelmente a partir de uma ou mais
- 15 frações obtidas na etapa c) e outros ingrediente, substancialmente sem adição de água e sem adição uma enzima lactase ao produto de leite composto para hidrolisar qualquer lactose residual no produto,
- e) se desejado, concentrar o produto obtido na etapa d) em um concentrado ou um pó.

- 20 No contexto da presente invenção, em material cru de leite se refere a leite soro e combinações de leite e soro como tal ou como um concentrado. O material cru de leite pode ser suplementado com ingredientes geralmente usados na preparação de produtos de leite, tais como frações de gordura, proteína ou açúcar, ou similares. O material cru de leite pode assim ser, por exemplo, leite de
- 25 gordura completo, leite de baixa gordura, creme, leite ultrafiltrado, leite diafiltrado, leite microfiltrado, leite de proteína tratada, leite recombinado a partir de pó de leite, leite orgânico ou uma combinação destes ou uma diluição de qualquer destes. Preferivelmente, o material cru de leite é leite desnatado.

- Na etapa a) do processo da invenção, a lactose no material cru de
- 30 leite e hidrolisada em monossacarídeos, como é bem conhecido no campo, em

uma modalidade da invenção, a etapa de hidrólise da lactose e a etapa de filtração por membrana para separar os componentes do leite são iniciadas simultaneamente entre si, em outra modalidade da invenção, a hidrólise da lactose é iniciada antes da etapa de filtração por membrana, em uma modalidade adicional da invenção, a hidrólise é executada completamente (hidrólise completa) antes a etapa de filtração por membrana. Em outra modalidade do processo da invenção, a hidrólise é executada parcialmente antes da etapa de filtração com membrana e a hidrólise da lactose no material cru de leite parcialmente hidrolisado é então continuada simultaneamente com a filtração do material cru de leite parcialmente hidrolisado, isto é, separação dos componentes do leite. A hidrólise da lactose pode continuar enquanto a enzima lactase estiver inativada, por exemplo, por tratamento de calor de um produto de leite composto em um estágio tardio ou varias frações recebidas na invenção. De acordo com uma modalidade da invenção, a filtração por membrana na etapa a) é ultrafiltração (UF).

Hidrólise completa significa que o material cru de leite hidrolisado está livre de lactose, sendo o teor de lactose não maior que 0,5%. Hidrólise parcial significa que o teor de lactose no material cru de leite hidrolisado é $>0.5\%$.

Na etapa b) do processo da invenção, o material cru de leite contendo a lactose da etapa a) é adicionalmente sujeito a filtração por membrana para separação de proteínas, açúcares e minerais em diferentes frações, a etapa b) pode compreender diversas etapas sucessivas de filtração por membrana. Em uma modalidade da invenção, a etapa b) é executada alterando-se a técnica de filtração por membrana, as condições de processo e/ou diferentes tipos de membranas. A condição a ser alterada pode ser, por exemplo, temperatura de filtração, pressão de filtração, adição de uma etapa de diafiltração e/ou o fator de concentração da filtração. As condições de uma ou mais variáveis podem ser alterados. Técnicas de membrana adequadas para processamento adicional são, por exemplo, nanofiltração (NF) e osmose reversa (RO), particularmente nanofiltração. Se desejado, duas ou mais frações de retentado ou permeado obtidas a partir da filtração por membrana podem ser combinados para a etapa de filtração por

membrana subsequente.

Em concordância com a etapa c) do processo da invenção, se desejado, ao menos um porção de uma ou mais frações de retentado ou permeado obtidas na etapa a) e/ou b) é/são adicionalmente processado (s) por evaporação e/ou cromatograficamente para adicionalmente melhorar a separação de proteínas, açúcares e minerais. É essencial para a invenção que o processamento adicional possa ser executado sem a adição de água.

Diferentes processos de separação podem também ser combinados na maneira desejada em uma ou mais etapas.

Em uma modalidade da invenção, o permeado de NF obtido na nanofiltração do material cru de leite hidrolisado é utilizado como dia-água em diafiltração (DF) no processo da invenção. O permeado de NF obtido em concordância com a invenção pode ser utilizado não somente no processo da invenção, mas também em outros processos de filtração por membrana. Em uma modalidade particular da invenção, o permeado de NF se origina a partir da nanofiltração do permeado de UF do material cru de leite hidrolisado.

Em uma modalidade do processo da invenção, um retentado de ultrafiltração obtido na etapa a) e um permeado de nanofiltração produzido a partir da nanofiltração do permeado de nanofiltração são reciclados ao material cru de leite a ser processado na etapa a).

As proteínas, açúcares e minerais no material cru de leite hidrolisado são separados por técnica de membranas, preferivelmente por ultrafiltração na primeira etapa sob condições em que a retenção de açúcares no retentado é baixa.

Membranas de ultrafiltração adequadas incluem HFK-131 (Koch membrane systems, Inc., EUA), por exemplo. Membranas de nanofiltração adequadas incluem Desal 5 DL (GE Osmonics, EUA), Desal 5 DK (GE Osmonics, EUA), TFC(R) SR3 (Koch membrane systems, inc., EUA), FILMTEC(TM) NF (Dow, EUA), por exemplo. Membranas de osmose reversa adequadas incluem TFC(R) HR (Koch membrane systems, Inc., EUA) e FILMTEC FT30 (Dow, EUA), por exemplo.

O fator de concentração (K) se refere à razão de peso entre o líquido a ser alimentado na filtração e o retentado e é determinado da seguinte forma:

$$K = \text{alimentação (kg)} / \text{retentado (kg)}$$

No processo da invenção, a ultrafiltração é preferivelmente executada com fator de concentração $K = 1$ a 10, mais preferivelmente 2 a 6, e na nanofiltração é preferivelmente executada com fator de concentração $K = 1$ a 10, mais preferivelmente $K = 2$ a 6. Se for usada diafiltração, o fator de concentração pode ser consideravelmente maior.

Em concordância com a etapa d) do processo da invenção, um produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose que tem a composição e doçura desejadas é composto a partir de uma ou mais frações obtidas a partir de filtração(ões) com membrana do material cru de leite hidrolisado e, se desejado, também a partir de uma ou mais frações obtidas a partir de processamento adicional por evaporação e/ou separação cromatográfica. Ditas frações podem também ser compostas em produtos de leite enriquecido com proteína e de baixo carboidrato e produtos de leite que têm composições de proteína modificada. Outros ingredientes podem também ser adicionados ao produto. O produto de leite é composto substancialmente sem adição de água, em tal caso uma fração ou frações do material cru de leite hidrolisado obtido a partir do processo da invenção é(são) usado(s) como o líquido requerido na composição do produto. Como tal líquido a ser adicionado, particularmente o permeado de RO, o permeado de NF ou água de condensação gerada na concentração ou evaporação do material cru de leite hidrolisado pode ser mencionado. Na modalidade da invenção, o permeado de NF se origina a partir da nanofiltração do permeado de UF do material cru de leite hidrolisado.

Como o líquido, água de torneira também pode ser parcialmente usada. No contexto da presente invenção, o termo 'substancialmente sem adição de água' significa que ao menos 50% da água de torneira é substituída por uma fração obtida com o processo da invenção.

Se desejado, o produto de leite livre de lactose ou de baixo

carboidrato produzido com o processo da invenção pode ser concentrado em um concentrado de leite ou em pó de leite.

O produto de leite de acordo com a presente invenção é de baixa lactose ou livre de lactose. Na presente invenção, o termo baixa lactose significa
5 que o teor de lactose do produto de leite não é maior do que 1 %. O termo livre de lactose significa que o teor de lactose do produto de leite é 0,5g/porção (por exemplo, para leites líquidos 0,5 g/244 g, sendo o teor de lactose no máximo 0,21 %), no entanto, não mais que 0,5%. Em concordância com a invenção, bebidas de leite que contêm pouco carboidrato e têm características organoléticas sem falha
10 podem também ser produzidas. Além disso, a perda de proteína contida no material cru de leite é minimizada e não é necessária suplementação/adição separa de minerais e/ou proteínas.

O processo da invenção é simples e adequado para produção em larga escala.

15 O processo da presente invenção pode ser aplicado tanto para produção em lote quanto para contínua. Preferivelmente, o processo da invenção é implantado como um processo de lote.

Em um segundo aspecto, a invenção fornece um produto de leite livre de lactose e de baixa lactose que contém uma ou mais frações de um material cru
20 de leite hidrolisado obtido a partir de uma ou mais filtrações com membrana do material cru de leite hidrolisado, em uma modalidade da invenção, o produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose compreende ao menos uma das frações de retentado de UF, permeado de UF, retentado de NF, permeado de NF, retentado de DF, permeado de DF, retentado de RO e permeado de RO. Em uma
25 modalidade particular da invenção, o produto de leite da invenção é obtido enriquecido por proteína na forma de um retentado de DF.

Como um aspecto, a invenção também se refere a um produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose produzido com um processo que compreende as etapas de:

30 a) hidrolisar a lactose em um material cru de leite e sujeitar um

material cru de leite a uma filtração por membrana,

b) processar adicionalmente ao menos uma porção de uma ou mais frações obtidas na etapa a) por técnica de membrana,

5 c) se desejado, sujeitar ao menos uma porção de uma ou mais frações obtidas na etapa a) e/ou b) evaporação e/ou separação cromatográfica, para separar proteínas, açúcares e minerais em diferentes frações,

d) compor um produto de leite que tem composição e doçura desejadas a partir de uma ou mais frações obtidas na etapa a) e/ou a partir de uma ou mais frações obtidas na etapa b) é possibilitar a partir de uma ou mais frações
10 obtidas na etapa c) e outros ingredientes, substancialmente sem adição de água e sem adição de enzima lactase ao produto de leite composto para hidrolisar qualquer lactose residual no produto,

e) se desejado, concentrar o produto obtido na etapa d) em um concentrado ou um pó.

15 Conforme declarado anteriormente, um permeado de NF obtido na nanofiltração de um material cru de leite hidrolisado pode ser utilizado como água em processos de filtração por membrana. Dito permeado de NF pode ser usado particularmente na diafiltração ou diafiltrações do processo da invenção, em uma modalidade da invenção, o permeado de NF se origina a partir da
20 nanofiltração do permeado de UF do material cru de leite hidrolisado.

Uma fração de açúcar que contém glicose e galactose e é obtida na filtração por membrana do material cru de leite hidrolisado pode ser utilizado como um adoçante ou em processos de fermentação na produção de produtos de leite azedos, por exemplo. A fração de açúcar pode ser obtida como um permeado de
25 UF obtido na ultrafiltração do material cru de leite hidrolisado ou como um retentado de NF obtido na nanofiltração. A fração de açúcar pode ser obtida particularmente como um retentado de NF obtido a partir da nanofiltração ou um permeado de ultrafiltração do material cru de leite hidrolisado. Comparadas com frações que contêm lactose, ditas glicose e galactose, contendo frações obtidas
30 como um resultado da hidrólise estão em uma forma mais facilmente e diretamente

usável para iniciador na produção de produtos de leite azedos, por exemplo. Da mesma forma, a glicose e galactose contendo frações obtidas pelo processo da invenção podem ser usadas como um açúcar fermentativo ou açúcares fermentativos em processos de fermentação.

- 5 Os seguintes exemplos ilustram a invenção, mas não restringem a invenção somente às modalidades ilustradas.

Exemplo 1, Ultrafiltração de leite desnatado em condições resfriadas (K = 1,9)

Leite desnatado (40 l) foi hidrolisado (6°C, 18 h) com Godo YNL2 lactose (Godo Shusei Company, Japão), sendo a dosagem de 0,15%. O leite desnatado completamente hidrolisado foi ultrafiltrado com uma membrana HFK-131 (Koch Membrane Systems inc., EUA) a uma temperatura de 9 a 19°C e uma pressão de 4,5 a 5,0 bar. O fluxo de permeado foi 3,8 a 6,5 l/m²h. A ultrafiltração foi continuada a um fator de concentração de 1,9, isto é, quando o volume do retentado UF estava 21 l e o do permeado de UF, 19 l.

Amostras foram tiradas da alimentação (leite desnatado hidrolisado), o retentado de UF e o permeado de UF, e proteína, substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinados desta forma (Tabela 1).

O retentado de UF foi usado na composição de uma bebida de leite (Exemplo 9; Tabelas 10 e 11).

Tabela 1. Composições de alimentação, retentado e permeado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado

Composição	Alimentação (leite desnatado hidrolisado)	Retentado de UF	Permeado de UF
Proteína (%)	3,61	6,34	-
Cinzas (%)	0,78	0,99	0,45
Glicose (%)	2,49	2,50	2,62
Galactose (%)	2,24	2,34	2,40
Substância seca (%)	9,07	11,8	5,59

Exemplo 2. Ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado em condições quentes (K = 4)

Leite desnatado (40 l) foi hidrolisado (6°C, 22 h) com Godo YNL2 lactose {Godo Shusei Company, Japão), sendo a dosagem de 0,15%. O leite desnatado completamente hidrolisado foi ultrafiltrado com uma membrana HFK-131 (Koch Membrane Systems inc., EUA) e uma temperatura de 45 a 50°C e uma
 5 pressão de 1 a 3,5 bar. O fluxo de permeado foi 7,8 a 10,3 l/m²h. A ultrafiltração continuou a um fator de concentração de 4, isto é, quando o volume do retentado de UF estava 10 l e o do permeado de UF, 30 l.

Amostras foram tiradas da alimentação (leite desnatado hidrolisado), o retentado de UF e o permeado de UF, e proteína, substância seca, glicose,
 10 galactose e cinzas foram determinados desta forma (Tabela 2).

O retentado de UF foi usado na composição de uma bebida de leite (Exemplo 9; Tabela 12), na composição de uma bebida de leite com aditivo de sabor (Exemplo 10; Tabela 13), e na composição de uma bebida de leite contendo proteína de soro (Exemplo 11; Tabela 15),

15 O permeado de UF foi adicionalmente processado por nanofiltração (Exemplo 3),

Tabela 2. Composições de alimentação, retentado e permeado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado

Composição	Alimentação (leite desnatado hidrolisado)	Retentado de UF	Permeado de UF
Proteína (%)	3,64	12,5	-
Cinzas (%)	0,78	1,50	0,44
Glicose (%)	2,50	2,17	2,63
Galactose (%)	2,20	2,08	2,46
Substância seca (%)	9,05	18,4	5,88

Exemplo 3, nanofiltração de permeado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado (K = 2)
 20

O experimento do Exemplo 2 continuou por nanofiltração do permeado de ultrafiltração a um fator de concentração de 2 com uma membrana Filmtec NF (Dow, EUA) a uma temperatura de filtração de 10 a 16°C. O fluxo de permeado foi 10 l/m²h e a pressão 11 a 17 bar. A alimentação foi 29,5 litros, o

retentado de NF 14,5 litros, e o permeado de NF 15 litros.

Substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinadas a partir da alimentação, o retentado de NF e o permeado de NF. Os resultados são mostrados na Tabela 3.

5 O permeado de NF foi usado no Exemplo 5 na etapa de diafiltração.

O permeado de NF foi também usado na composição de bebidas de leite (Exemplo 9; Tabelas 10 e 12).

Tabela 3. Nanofiltração de permeado por UF de leite desnatado hidrolisado. Composição de alimentação, retentado e permeado

Composição	Alimentação (permeado de UF hidrolisado) (Exemplo 2)	Retentado de NF	Permeado de NF
Cinzas (%)	0,47	0,70	0,20
Glicose (%)	2,55	4,87	0,21
Galactose (%)	2,36	4,29	0,15
Substância seca (%)	5,7	10,3	0,62

10 **Exemplo 4. Nanofiltração de duas etapas de permeado de ultrafiltração de leite hidrolisado ($K = 4$, $K = 4$)**

O permeado de ultrafiltração de leite hidrolisado foi nanofiltrado com uma membrana Desal 5 DL a um fator de concentração de 4. A temperatura de filtração foi de 44 a 47°C, o fluxo de permeado 10 l/m²h e a pressão 3 a 6 bar. A
15 alimentação foi de 40 litros, retentado de NF I 10 litros e permeado de NF I 30 litros.

A substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinadas a partir da alimentação, retentado de NF I e permeado de NF I. Os resultados são mostrados na Tabela 4.

20 **Tabela 4. Nanofiltração de permeado de ultrafiltração de leite hidrolisado. Composição de alimentação, retentado e permeado**

Composição	Alimentação (permeado de UF hidrolisado)	Retentado de NF I	Permeado de NF I
Cinzas (%)	0,46	0,87	0,31
Glicose (%)	2,51	3,21	2,32

Galactose (%)	2,33	3,05	2,19
Substância seca (%)	5,67	8,03	4,83

O permeado (permeado de NF I) da primeira nanofiltração foi nanofiltrado em uma segunda etapa com uma membrana Filmtec NF a um fator de concentração de 4. A temperatura de filtração foi de 10 a 24⁰C, o fluxo de permeado de 11 a 3,2 l/m²h e a pressão de 11 a 24 bar. A alimentação foi de 28,5
5 litros, retentado de NF II 6 litros e permeado de NF II 22,5 litros.

A substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinadas a partir da alimentação, retentado de NF II e permeado de NF II. Os resultados são mostrados na Tabela 5.

Tabela 5. Nanofiltração de permeado de NF I de permeado de UF de leite hidrolisado. Composição de alimentação, retentado e permeado.

Composição	Alimentação (permeado de NF I)	Retentado de NF II	Permeado de NF II
Cinzas (%)	0,29	0,51	0,19
Glicose (%)	2,28	7,56	0,20
Galactose (%)	2,11	6,75	0,18
Substância seca (%)	4,56	15,5	0,52

A nanofiltração de duas etapas resultou em um açúcar mais puro concentrado como retentado de NF II, o qual tem um teor de cinzas maior. Particularmente a partir de minerais bivalentes, cálcio e magnésio, 80% permaneceram em retentado de NF I.

15 O retentado de NF II foi usado com uma adoçante em uma bebida de leite com aditivo de sabor (Exemplo 10; Tabelas 13 e 14).

O permeado de NF II foi adicionalmente concentrado por osmose reversa e o permeado de RO obtido foi usado na composição de uma bebida de leite com cacau (Exemplo 10; Tabela 14).

20 **Exemplo 5. Ultrafiltração (K = 2,2) de leite desnatado hidrolisado combinado com diafiltração**

Leite desnatado (40 i) foi hidrolisado (6⁰C, 18 h) com lactose Godo

YNL2 (Godo Shusei Company, Japão), sendo a dosagem de 0,15%. O leite desnatado completamente hidrolisado foi ultrafiltrado com uma membrana HFK-131 (Koch Membrane Systems Inc., EUA) a uma temperatura de 8 a 13°C e uma pressão de 3,5 a 4,0 bar. O fluxo de permeado foi de 5,3 a 7,5 l/m²h. O leite desnatado foi concentrado a um fator de 2,2, isto é, quando o volume do retentado de UF foi 18 l e o do permeado de UF foi 22 l. Então, 14 litros do permeado de NF do Exemplo 3 foram gradualmente adicionados ao retentado de UF. Depois da etapa de diafiltração, o volume do retentado de DF foi de 24 litros e o volume combinado dos permeados obtidos a partir da diafiltração e da ultrafiltração foi de 30 litros. Em seguida no exemplo, os permeados de UF e DF combinados serão chamados de permeado.

Amostras foram tomadas a partir da alimentação (leite desnatado hidrolisado), o retentado de DF e o permeado, e proteína, substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinados desta forma (Tabela 6).

Tabela 6. Composições de alimentação, retentado e permeado de ultrafiltração e diafiltração de leite desnatado hidrolisado

Composição	Alimentação (leite desnatado hidrolisado)	Retentado de DF	Permeado
Proteína (%)	3,58	5,51	-
Cinzas (%)	0,77	0,79	0,46
Glicose (%)	2,45	1,38	2,36
Galactose (%)	2,38	1,37	2,35
Substância seca (%)	8,95	8,76	5,27

Uma bebida de livre de lactose enriquecido por proteína é obtida como um retentado de DF circulando-se o permeado de nanofiltração do permeado de ultrafiltração do Exemplo 3 de volta ao retentado de ultrafiltração. O retentado de DF foi também avaliado organoleticamente e foi descoberto que tem um sabor bom e completo.

Exemplo 6. Ultrafiltração de leite desnatado parcialmente hidrolisado e hidrólise durante filtração (K = 2,2)

Leite desnatado (40 l) foi hidrolisado (50°C, 1 h) com lactose Lactates

L3 (Biocon Ltd., Japão), sendo a dosagem de 0,18%. O leite desnatado parcialmente hidrolisado foi ultrafiltrado com uma membrana HFK-131 (Koch Membrane Systems inc., EUA), sendo a temperatura de 43 a 45°C e a pressão de 1,0 a 3,5 bar. O fluxo de permeado foi de 10 l/m²h. O leite desnatado foi concentrado a um fator de 2,2, isto é, quando o volume do retentado de UF foi de 18 l e o do permeado de UF 22 l. O permeado de UF foi então circulado de volta ao retentado de UF. O progresso da hidrólise foi observado durante a concentração e a circulação. Continuou-se a filtração por duas horas. No início da filtração, o teor de lactose do leite era de 0,57% e ao final da filtração não era maior que 0,01 %.

Amostras foram tomadas da alimentação (leite desnatado hidrolisado), o retentado de UF depois da filtração e o permeado de UF, e proteína, substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinados desta forma (Tabela 7).

Tabela 7. Composições de alimentação, retentado e permeado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado

Composição	Alimentação (leite desnatado hidrolisado)	Retentado de UF	Permeado de UF
Proteína (%)	3,53	7,11	-
Cinzas (%)	0,77	1,08	0,48
Glicose (%)	2,32	2,58	2,59
Galactose (%)	2,13	2,50	2,47
Lactose (%)	0,57	< 0,01	-
Substância seca (%)	8,95	12,5	5,72

Os resultados mostram que a hidrólise de lactose pode continuar durante a filtração.

Exemplo 7, Produção de bebida de leite livre de lactose por hidrólise e filtração simultâneas

0,2% de lactose Godo YNL2 (Godo Shusei Company, Japão) foi adicionada ao leite desnatado (100 l). A filtração do leite foi iniciada imediatamente após a adição da enzima. Ultrafiltração e nanofiltração foram realizadas

simultaneamente de forma que o retentado de UF e o permeado de NF foram circulados de volta à alimentação de ultrafiltração. A ultrafiltração foi realizada com uma membrana HFK- 131 (Koch Membrane Systems Inc., EUA) a uma temperatura de 6⁰C e uma pressão de 3,5 a 4,0 bar. O fluxo de permeado foi de 5 l/m²h. Na nanofiltração, uma membrana Filmtec NF (Dow, EUA) e uma temperatura de filtração de 6⁰C foram usadas. O fluxo de permeado foi de 7,5 l/m²h e a pressão de 18 a 22 bar. O fator de concentração de ultrafiltração foi de 1,9 e o de nanofiltração de 4. Continuou-se a filtração até que uma quantidade desejada de carboidratos foi removida do produto final formada no tanque de alimentação do filtro. Ao final da filtração a concentração de do leite era de 0,09%. 100 l de leite desnatado deram 88 l de um produto do qual teoricamente 52,5 l eram de retentado de UF e 35,5 l de permeado de NF. A quantidade de retentado de NF formado foi de 12 l.

Proteína, substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinadas a partir do produto (Tabela 8).

Tabela 8. Composição de bebida de leite desnatado livre de lactose

Composição	Bebida de leite desnatado livre de lactose
Proteína (%)	4,0
Glicose (%)	1,6
Galactose (%)	1,5
Cinzas (%)	0,7
Substância seca (%)	7,9

Exemplo 8. Nanofiltração de soro hidrolisado (K = 7)

Soro centrifugado desnatado (40 l) foi hidrolisado (9⁰C, 20 h) com Godo lactose YNL2 (Godo Shusei Company, Japão), sendo a dosagem de 0,1%. O soro completamente hidrolisado foi nanofiltrado com uma membrana Desal 5 DL (GE Osmonics, EUA), sendo a temperatura de 46 a 51⁰C, e a pressão de 3 a 6,5 bar. O fluxo de permeado foi de 10,0 a 13,5 l/m²h. Continuou-se a nanofiltração até um fator de concentração de 7, isto é, quando o volume do retentado de NF foi 5,5

I e o do permeado de NF de 34,5 l.

Amostras foram tomadas a partir da alimentação (soro hidrolisado), o retentado de NF e o permeado de NF, e proteína, substância seca, glicose, galactose e cinzas foram determinadas desta forma (Tabela 9).

5 **Tabela 9. Composição de alimentação, retentado e permeado de nanofiltração de soro hidrolisado**

Composição	Alimentação (soro hidrolisado)	Retentado de NF	Permeado de NF
Proteína (%)	0,61	4,59	-
Cinzas (%)	0,34	1,52	0,28
Glicose (%)	2,05	2,69	1,97
Galactose (%)	1,90	2,68	1,84
Substância seca (%)	5,02	10,20	4,10

A composição do permeado de NF separada do soro hidrolisado correspondeu bem ao permeado de NF I (Exemplo 4; Tabela 4) separado a partir do permeado de ultrafiltração de leite em condições correspondentes, se desejado,
10 a nanofiltração do soro pode continuar em uma segunda etapa da mesma forma conforme descrito no Exemplo 4.

O retentado de NF foi usado na composição de uma proteína de soro contendo bebida de leite (Exemplo 11; Tabela 15).

15 **Exemplo 9. Composição de uma bebida de leite a partir do retentado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado e do permeado de nanofiltração do permeado de ultrafiltração**

Uma bebida de leite livre de lactose 1 foi composta a partir do retentado de ultrafiltração do leite desnatado hidrolisado do Exemplo 1 e a partir do permeado de nanofiltração do permeado de ultrafiltração do Exemplo 3. Em uma
20 bebida de leite livre de lactose 2, o permeado de nanofiltração do permeado de ultrafiltração foi substituído por água. Uma bebida de leite livre de lactose 3 foi composta a partir do retentado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado e a partir do permeado de nanofiltração do permeado de ultrafiltração do Exemplo 3 e a partir de leite desnatado. Adicionalmente, o pó mineral de leite de acordo com a
25 publicação EP 1061811 B1 foi usado nas composições.

As composições das frações e as proporções destas nas misturas e as composições de bebidas de leite livre de lactose são mostradas nas Tabelas 10 a 12. As composições de bebidas de leite desnatado livre de lactose correspondem a leite normal exceto pelos carboidratos. Toda a água necessária nas bebidas e parte da água necessária para pó mineral de leite adicionado pode ser substituída permeado de nanofiltração do permeado de ultrafiltração.

Tabela 10. Composição de uma bebida de leite desnatado livre de lactose 1 a partir de retentado de ultrafiltração e permeado de nanofiltração de permeado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado

	Retentado de UF (exemplo 1)	Permeado de NF (exemplo 3)	Pó mineral de leite	Bebida de leite desnatado livre de lactose
Proporção (%)	51,9	47,8	0,37	
Composição				
Proteína (%)	6,34	-	9,12	3,3
Glicose (%)	2,50	0,21	23	1,5
Galactose (%)	2,34	0,15	22	1,4
Cinzas (%)	0,99	0,20	41	0,8
Substância seca (%)	11,8	0,62	96	6,8

Tabela 11. Composição de bebida de leite desnatado livre de lactose 2 a partir de retentado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado e a partir de água

	Retentado de UF (exemplo 1)	Água	Pó mineral de leite	Bebida de leite desnatado livre de lactose
Proporção (%)	51,3	48,1	0,61	
Composição				
Proteína (%)	6,34	0	9,12	3,3
Glicose (%)	2,50	0	23	1,4
Galactose (%)	2,34	0	22	1,3
Cinzas (%)	0,99	0	41	0,8
Substância seca (%)	11,8	0	96	6,6

Tabela 12. Composição de bebida de leite desnatado livre de lactose 3 a partir de retentado de ultrafiltração e permeado de nanofiltração de permeado de ultrafiltração de leite desnatado hidrolisado

	Retentado de UF (exemplo 2)	Permeado de NF (exemplo 3)	Pó mineral de leite	Leite desnatado	Bebida de leite desnatado livre de lactose
Proporção (%)	12,1	37,6	0,29	50,0	
Composição					
Proteína (%)	12,50	-	9,12	3,58	3,3
Glicose (%)	2,17	0,21	23	2,45	1,6
Galactose (%)	2,08	0,15	22	2,38	1,6
Cinzas (%)	1,50	0,20	41	0,77	0,8
Substância seca (%)	18,4	0,62	96	8,95	7,2

Exemplo 10. Uso de retentado de nanofiltração de permeado de

5 ultrafiltração como adoçante em bebida de leite com cacau

Uma bebida de leite com cacau livre de lactose foi composta a partir de leite livre de lactose (teor de gordura 1 %), retentado de nanofiltração II do Exemplo 4, o retentado de ultrafiltração do leite desnatado hidrolisado do Exemplo 2, sacarose, creme de baixa lactose e pó de cacau. Uma bebida de leite com
 10 cacau de baixa lactose foi composta a partir do permeado de RO do Exemplo 4, retentado de nanofiltração II do Exemplo 4, pó de leite desnatado de baixa lactose, sacarose, creme livre de lactose e pó de cacau. As composições das frações e as proporções destas nas bebidas e as composições de bebidas de leite com cacau são apresentadas nas Tabelas 13 e 14.

15 As características organoléticas de ambas as bebidas de leite com cacau são boas e completas. Na bebida de leite com cacau, 30% da sacarose necessária poderia ser substituída por retentado de nanofiltração II do Exemplo 4, e 25% na bebida de baixa lactose.

Tabela 13. Composição de bebida de leite com cacau livre de

20 lactose

	Leite livre de lactose 1,0%	Retentado de NF II (Exemplo 4)	Retentado de NF (Exemplo 2)	Sacarose	Creme livre de lactose	Pó de cacau	Bebida de leite com cacau livre de lactose
Proporção (%)	53,6	30,2	11,2	3,1	1,1	0,8	
Composição							
Proteína (%)	3,5	-	12,5	-	2,0	-	3,3
Gordura (%)	1,0	-	-	-	3,8	-	0,9
Glicose (%)	2,3	7,56	2,17	-	1,4	-	3,5
Galactose (%)	2,3	6,75	2,08	-	1,4	-	3,8
Lactose (%)	-	-	-	-	-	-	0
Sacarose (%)	-	-	-	100	-		3,1
Cinzas (%)	0,7	0,51	1,5	-	0,5	-	0,7
Substância seca (%)	10	15,5	18,4	100	43	100	16,5

Tabela 14. Composição de bebida de leite com cacau de baixa lactose

	Permeado de RO (Exemplo 4)	Retentado de NF II (Exemplo 4)	Pó de leite desnatado de baixa lactose	Sacarose	Creme livre de lactose	Pó de cacau	Bebida de leite com cacau livre de lactose
Proporção (%)	65,6	19,4	8,4	3,5	2,3	0,80	
Composição							
Proteína (%)	-	-	35	-	2,0	-	3,0
Gordura (%)	-	-	1,0	-	38	-	0,9
Glicose (%)	< 0,1	7,56	21	-	1,4	-	3,3
Galactose (%)	< 0,1	6,75	21	-	1,4	-	3,2
Lactose (%)	-	-	10	-	-	-	0,9
Sacarose (%)	-	-	-	100	-		3,5
Cinzas (%)	< 0,1	0,51	7,7	-	0,5	-	0,9
Substância seca (%)	< 0,1	15,5	96	100	43	100	16,9

Exemplo 11. Composição de proteína de soro livre de lactose contendo bebida de leite a partir de frações de filtração por membrana de soro hidrolisado e leite desnatado

Uma proteína de soro livre de lactose contendo bebida de leite foi composta a partir do retentado de NF do soro hidrolisado do Exemplo 8, leite desnatado hidrolisado, água e o retentado de UF do leite desnatado hidrolisado do Exemplo 2. As composições das frações e as proporções destas nas misturas e a

composição da proteína de soro livre de lactose contendo bebida de leite são mostradas na Tabela 15. A proteína de soro livre de lactose contendo bebida de leite conteve menos carboidratos e mais proteína de soro, sendo sua proporção da proteína da bebida 50%, do que o leite normal.

5 **Tabela 15. Composição de proteína de soro livre de lactose contendo bebida de leite a partir de frações de nanofiltração e a partir de leite desnatado**

	Retentado de NF (soro, Exemplo 8)	Leite desnatado hidrolisado	Água	Retentado de UF (leite, Exemplo 2)	Bebida de leite contendo soro desnatado livre de lactose
Proporção (%)	27,3	40,2	27,0	5,5	
Composição					
Proteína (%)	4,59	3,39	0	12,5	3,3
Glicose (%)	1,99	2,27	0	2,17	1,6
Galactose (%)	1,80	2,23	0	2,08	1,5
Cinzas (%)	1,52	0,76	0	1,50	0,8
Substância seca (%)	10,20	8,78	0	18,4	7,3

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produção de um produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

a) hidrolisar a lactose em um material cru de leite assim obtendo um material cru de leite hidrolisado

b) ultra-filtração (UF) do material cru de leite hidrolisado para concentrar as proteínas em um retentado de UF para obter um permeado de UF contendo açúcares.

c) nanofiltração (NF) do permeado de UF para separar os açúcares em um retentado de NF e minerais em um permeado de NF.

d) compor um produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose a partir do retentado da ultra-filtração obtido na etapa b) e do permeado da nanofiltração obtido na etapa c), substancialmente sem adição de água

e) opcionalmente, concentrar o produto obtido na etapa d) em um concentrado ou um pó.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a lactose no material cru de leite é parcialmente hidrolisado e a lactose residual do material cru de leite parcialmente hidrolisado é posteriormente hidrolisada durante a ultra-filtração e simultaneamente o material cru de leite parcialmente hidrolisado é separado em frações contendo proteínas, açúcares e minerais.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato que o permeado de NF é usado nas etapas b) e/ou c) como dia-água de diafiltração.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato que o permeado de NF é concentrado pela nanofiltração para obter um segundo permeado de NF, o qual é concentrado por osmose reversa (RO) para produzir um permeado de RO e um

concentrado mineral como um retentado de RO, em que o dito permeado de RO e/ou o retentado de RO são introduzidos no produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o permeado de RO ou o permeado de NF é usado como líquido na composição do produto de leite.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o permeado de NF é usado como o líquido.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de ainda compreender a evaporação do material cru de leite hidrolisado, em que a água condensada é obtida e utilizada como um líquido na composição do produto de leite.

8. Produto de leite livre de lactose ou de baixa lactose **CARACTERIZADO** por ser composto por um retentado de UF da ultra-filtração de um material cru de leite com lactose hidrolisada, e um permeado de NF obtido da nanofiltração de um permeado de UF derivado da ultra-filtração de um material cru de leite com lactose hidrolisada.

9. Produto de leite, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por ainda compreender um permeado de UF, retentado de NF, permeado de NF, retentado de DF, permeado de DF, retentado e/ou permeado de RO de um material cru de leite com lactose hidrolisada.

10. Produto de leite, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por compreender um retentado de DF obtido através da ultra-filtração de um material cru de leite com lactose hidrolisada, em que um permeado de NF obtido da nanofiltração de um permeado de UF derivado da ultra-filtração de um material cru de leite com lactose hidrolisada é usado como dia-água.