

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(51) Classificação Internacional:

**B01D 39/02** (2015.01) **B01D 41/02** (2015.01)  
**B01J 20/26** (2015.01) **C12C 13/00** (2015.01)  
**C12H 1/04** (2015.01) **C12H 1/06** (2015.01)  
**B01D 15/00** (2015.01) **B01J 20/34** (2015.01)  
**C12H 1/56** (2015.01) **C12H 1/07** (2015.01)

(22) Data de pedido: **2011.07.18**

(30) Prioridade(s): **2010.07.22 EP 10170389**

(43) Data de publicação do pedido: **2013.05.29**

(45) Data e BPI da concessão: **2014.12.03**  
**042/2015**

(73) Titular(es):

**HEINEKEN SUPPLY CHAIN B.V.**  
**BURGEMEESTER SMEETSWEG 1 2382 PH**  
**ZOETERWOUDE NL**

(72) Inventor(es):

(74) Mandatário:

**CÁTIA CRISTIANA JORGE RIBEIRO**  
**LARGO DE SÃO DOMINGOS, Nº1 2910-092 SETÚBAL PT**

(54) Epígrafe: **MÉTODO PARA ESTABILIZAÇÃO DE BEBIDAS FERMENTADAS COM LEVEDURA**  
**CAMPO TÉCNICO DA INVENÇÃO**

(57) Resumo:

A PRESENTE INVENÇÃO PROVÊ UM MÉTODO DE PREPARAÇÃO DE UMA BEBIDA FERMENTADA COM LEVEDURA, COMPREENDENDO O DITO MÉTODO AS FASES DE: FERMENTAR O MOSTO COM UMA LEVEDURA BIOLOGICAMENTE ACTIVA PARA PRODUZIR UM LÍQUIDO FERMENTADO QUE CONTENHA LEVEDURA, ÁLCOOL, POLIFENÓIS E PROTEÍNA; B. OPCIONALMENTE REMOVER A LEVEDURA DO LÍQUIDO FERMENTADO; C. COMBINAR O LÍQUIDO FERMENTADO COM PARTÍCULAS DE POLIVINILPOLIPIRROLIDONA (PVPP) PARA LIGAR PELO MENOS UMA FRACÇÃO DOS POLIFENÓIS E/OU DAS PROTEÍNAS CONTIDAS NO LÍQUIDO FERMENTADO NAS DITAS PARTÍCULAS DE PVPP, TENDO PELO MENOS 80 % EM PESO DAS DITAS PARTÍCULAS DE PVPP UM DIÂMETRO NA MARGEM DE 5-300 µm; D. REMOVER UMA SUSPENSÃO ESPESSA CONTENDO PARTÍCULAS DE PVPP DO LÍQUIDO FERMENTADO; E. FILTRAR A SUSPENSÃO ESPESSA ATRAVÉS DE UM FILTRO COM UMA DIMENSÃO DE PORO NA MARGEM DE 0.1-80 µm PARA PRODUZIR UM CONCENTRADO DE PVPP ENRIQUECIDO E UM FILTRADO DE PVPP DEPLETADO; F. REGENERAR AS PARTÍCULAS DO PVPP CONTIDAS NO CONCENTRADO DE PVPP ENRIQUECIDO POR DESSORÇÃO DOS POLIFENÓIS E/OU DE PROTEÍNA DAS DITAS PARTÍCULAS DE PVPP E SEPARAR OS POLIFENÓIS DESSORVIDOS E/OU A PROTEÍNA DESSORVIDA DAS PARTÍCULAS DE PVPP; E G. DEPOIS DE OUTRA REFINAÇÃO OPCIONAL DAS PARTÍCULAS REGENERADAS DE PVPP, RECIRCULAR AS PARTÍCULAS REGENERADAS DE PVPP PARA FASE C. O MÉTODO PODE SER OPERADO COM PVPP DE UTILIZAÇÃO ÚNICA, ASSIM COMO PVPP REGENERÁVEL. ALÉM DISSO, O PRESENTE MÉTODO NÃO REQUER HARDWARE DE FILTRO ESPAÇOSO PARA REGENERAR O PVPP. A INVENÇÃO PROVÊ AINDA UM APARELHO PARA LEVAR A CABO O MÉTODO ACIMA MENCIONADO.

## DESCRIÇÃO

### MÉTODO PARA ESTABILIZAÇÃO DE BEBIDAS FERMENTADAS COM LEVEDURA

#### CAMPO TÉCNICO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a um método para a estabilização das bebidas fermentadas com levedura. Mais particularmente, a presente invenção provê um método para a estabilização das bebidas fermentadas com levedura combinando um líquido de levedura fermentada com partículas de polivinilpirrolidona (PVPP) para pelo menos ligar uma fracção dos polifenóis e/ou das proteínas contidos no líquido fermentado para as ditas partículas de PVPP; removendo uma suspensão espessa que contém as partículas de PVPP do líquido fermentado; e regenerando as partículas de PVPP.

#### ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

As bebidas fermentadas com levedura, tal como a cerveja, são estabilizadas para assegurar que o sabor e o aspecto da bebida no final do seu tempo de conservação seja o mesmo de quando ela foi embalada. Devido a que uma primeira avaliação do consumidor é uma avaliação visual, a tonalidade é tomada como uma medida determinante da qualidade da cerveja. Com algumas excepções notáveis, os consumidores esperam um produto transparente, apelativo, isento de turvação.

A turvação coloidal na cerveja surge da formação de complexos de proteína de polifenol durante o armazenamento. A cerveja nova contém proteínas acídicas e uma variedade de polifenóis. Enquanto estes podem formar complexos através das ligações de

hidrogénio soltas, o seu baixo peso molecular significa que eles são demasiados pequenos para serem visíveis a olho nu. Quando estes pequenos polifenóis, denominados flavanóides, se polimerizam e oxidam, produzem polifenóis de cadeia curta (condensados) denominados tanóides. Estes tanóides são capazes de passar sobre um número de proteínas através de ligações de hidrogénio para formar turvação de frio reversível. Depois do armazenamento, formas de ligação covalentes e iónicas mais fortes entre os tanóides e as proteínas resultam na turvação permanente irreversível. A velocidade e o grau a que isso se dá é impactado pelos materiais de fabrico, condições de processamento e armazenagem e podem ser grandemente melhorados (reduzidos) com o uso de auxiliares de estabilização.

Uma vez que o factor determinante da velocidade no desenvolvimento da turvação é a mudança na fracção do polifenol, reduzir os níveis destes precursores de turvação é um método muito eficaz para assegurar a estabilidade coloidal da cerveja. A Polivinilpirrolidona (PVPP) é um polímero reticulado de (poli)vinilpirrolidona que é insolúvel em água. As partículas altamente porosas de PVPP são usadas na indústria do fabrico de cerveja para a adsorção dos polifenóis de turvação. O PVPP complexa selectivamente os polifenóis de turvação, predominantemente através de ligações muito fortes de hidrogénio, com múltiplos lados de fixação para polifenóis de turvação. A estrutura molecular do polímero PVPP limita a ligação interna do hidrogénio, maximizando o número de sítios reactivos disponíveis.

Os estabilizadores de PVPP são optimizados quer para utilização única, em que eles são adicionados ao fluxo da

cerveja e removidos no filtro kieselguhr ou, para graus de regeneração, adicionados à cerveja filtrada usando unidades específicas de filtração e recicladas para reutilização. De qualquer modo muitas das características de manipulação inicial são comuns. O pó de PVPP é misturado no tanque de dosagem utilizando água desmineralizada e desoxigenada a uma concentração de aproximadamente 8-12 % (peso/volume). O material deve ser agitado durante pelo menos 15 minutos para dilatar e hidratar as partículas. A suspensão espessa deve então ser mantida em constante agitação para prevenir a sedimentação. No caso de graus de regeneração, o tanque estabilizador de dosagem é frequentemente mantido a 80 °C para assegurar a estabilidade microbiana a longo prazo.

O método mais comum de adição do PVPP de utilização única é por dosagem contínua ao fluxo da cerveja usando uma bomba doseadora. Ainda que o PVPP possa ser muito eficaz com tempos de contacto curtos, um tempo de contacto de 5-10 minutos entre o ponto de adição e o da remoção do PVPP consumido no filtro kieselguhr é recomendado para a eficiência máxima. O PVPP deverá ser adicionado à cerveja fria, a ou abaixo de 0 °C, para impedir a redissolução daqueles complexos de proteína de polifenol que já se tinham formado.

O princípio do uso do PVPP regenerável é o de romper as ligações PVPP-polifenol através da lavagem do material com uma solução cáustica (NaOH). A regeneração é considerada ser económica se um fabricante de cerveja estabiliza um grande volume de saída e/ou a cerveja quando está estabilizada tem um teor de polifenol extremamente alto, o que requererá altas taxas de adição do PVPP para a eficaz estabilização coloidal. Os graus de regeneração do PVPP são especificamente

fabricados para produzir partículas de maior dimensão e de maior resistência mecânica, que continuam a dar uma redução eficaz do polifenol. Os filtros de folha horizontal são os desenhos originais para o uso e regeneração do PVPP, mas os filtros de vela estão também agora sendo introduzidos a serviço.

A preparação inicial dos graus de regeneração do PVPP é muito similar ao do produto de utilização única. É requerido um tanque específico de suspensão espessa, frequentemente equipado com uma camisa de aquecimento. O filtro vazio é primeiro purgado com CO<sub>2</sub> e um pré-revestimento do PVPP regenerável com cerca de 1-2 mm de profundidade é depositado nas redes do filtro. O estabilizador da suspensão espessa é recirculado à volta do filtro até que a água no visor de vidro ou no ponto de medição esteja límpida. O PVPP é agora doseado para o fluxo de cerveja que está a entrar usando uma bomba doseadora. A execução da estabilização efectiva está completa quando o espaço entre as placas de filtro está enchido com PVPP. O volume final da cerveja estabilizada depende da dimensão do filtro, da carga do PVPP e a taxa de adição na cerveja e pode atingir vários milhares de hl.

No final da filtração e da estabilização, a cerveja residual retorna ao tanque de recuperação de cerveja. O PVPP usado é regenerado fazendo circular uma solução cáustica (1-2 % peso/peso), a 60-80 °C através do leito filtrante do PVPP entre 15-30 minutos. Por vezes, é usado um segundo enxaguamento cáustico, com o primeiro ciclo de execução para a drenagem e o segundo ciclo é guardado para ser reutilizado como o primeiro enxaguamento cáustico na próxima regeneração. A cor da solução cáustica ao deixar o filtro é muito escura,

confirmando a rotura dos complexos fortes PVPP-polifenol. O bolo de filtração PVPP é seguidamente lavado à pressão com água quente a 80 °C para deslocar a solução cáustica e reduzir o pH. Isto é seguido por um ciclo de enxaguamento com ácido diluído até que a solução ao sair do filtro atinja um pH à volta de 4 durante 20 minutos. Os resíduos da cerveja e da água são eficazmente removidos e são obtidos melhores resultados com o pré-aquecimento do ácido diluído para à volta de 60 °C. O filtro é seguidamente lavado à pressão com água fria até que o ácido esteja completamente eliminado e o pH na saída esteja neutro. Por último CO<sub>2</sub>, água e a força centrífuga da rotação dos elementos filtrantes são usados para deslocar o PVPP regenerado das redes do filtro para o vaso de dosagem. O teor de sólidos (PVPP) no tanque de dosagem é verificado e é adicionado novo material para compensar as perdas do processo. Habitualmente estas perdas são entre 0.5-1 % por regeneração. No entanto, é o custo do hardware do filtro espaçoso, mais do que o do estabilizador do PVPP, que tem uma influência mais significativa na economia da regeneração do PVPP.

Assim, considerando que o PVPP de utilização única tem a desvantagem de gerar um fluxo de desperdício considerável, o PVPP regenerável tem o inconveniente de requerer um considerável investimento inicial num sofisticado hardware de filtro.

O Pedido Internacional de Patente WO 99/16531 descreve um processo para a regeneração de meios de filtração consumidos que foram usados na filtração mecânica da cerveja e que contêm perlite e PVPP. O processo de regeneração descrito no Pedido Internacional de Patente WO 99/16531 compreende as

seguintes fases:

- Adicionar um líquido aquoso que compreende entre cerca de 0.25 e 3.0 por cento em peso de solução cáustica a um recipiente de regeneração que contém um bolo de filtração que compreende uns meios de filtração e filtrados;
- Agitar os conteúdos do tanque de regeneração por um tempo não superior a 18 horas a uma temperatura não superior a cerca de 110 °F (43.3 °C);
- Remover substancialmente o líquido aquoso dos meios de filtração;
- Enxaguar os meios de filtração com uma solução cáustica;
- Enxaguar os meios de filtração com uma solução ácida; e
- Enxaguar os meios de filtração com água.

O Pedido de Patente norte-americana US 2009/0291164 descreve um processo para a regeneração de um filtro auxiliar de um contentor de PVPP que compreende:

- (i) prover um filtro auxiliar que compreende um co-extrudido de um PVPP e de um polímero termoplástico;
- (ii) tratar o filtro auxiliar com álcali aquoso;
- (iii) subsequente tratar o filtro auxiliar com uma enzima; e

(iv) subsequentemente ao mesmo filtro realizar um segundo tratamento com álcali aquoso.

O Pedido de Patente norte-americana US 6,117,459 descreve um método de regeneração de um adjuvante de filtração que compreende um polímero sintético ou grãos naturais, estando o adjuvante carregado com impurezas orgânicas que incluem leveduras e que estão prisioneiras nas cavidades entre os grãos de adjuvante depois da filtração de um líquido carregado com as ditas impurezas, e estando depositadas num suporte de filtração de uma instalação de filtração, incluindo o método as fases de:

- Lavar o adjuvante de filtração com uma solução de soda a uma temperatura de pelo menos 80 °C durante 60- 120 minutos;
- Realizar a fase de lavagem *in situ* com a dita solução de soda passando a solução de soda através da instalação de filtração na direcção da lavagem idêntica à direcção do líquido a ser filtrado;
- Passar através da instalação de filtração na direcção da lavagem uma composição enzimática a uma temperatura de entre 40 e 60 °C entre 100 e 200 minutos, incluindo a dita composição enzimática agentes capazes de provocar lise na levedura;
- Lavar o dito adjuvante de filtração para eliminar desde aí os resíduos das impurezas orgânicas, sendo a dita



fase de lavagem uma segunda lavagem com uma solução de soda para eliminar os resíduos produzidos pela fase de passagem da composição enzimática; e

- Remover os grãos do adjuvante acumulados no suporte de filtração para limpar o dito suporte de filtração e para usar os ditos grãos de adjuvante para uma nova operação de filtração.

O exemplo desta patente norte-americana descreve a filtração de um tipo de cerveja Pils que contém  $10^6$  de leveduras/ml e à qual foi adicionada uma mistura de 200 g/hl de RILSAN® (Nylon 11) e 50 g/hl de PVPP num filtro de placas no qual tinha sido pré-depositada uma camada de RILSAN® e de PVPP. O tratamento de regeneração é realizado na massa de filtro no perfurador de filtração sem o desmontar.

Os métodos de regeneração acima mencionados têm em comum que a regeneração do PVPP baseia-se na degradação das células de levedura pelo tratamento com solução cáustica e/ou enzimólise e na subsequente eliminação do material de levedura degradado.

#### RESUMO DA INVENÇÃO

Os presentes inventores desenvolveram um método melhorado para a estabilização das bebidas fermentadas com levedura pelo tratamento com partículas de PVPP e regeneração das ditas partículas do PVPP usadas para reutilização. O método de acordo com a presente invenção pode ser operado com o PVPP de utilização única assim como com PVPP regenerável. Além disso, o presente método não requer hardware de filtro

espaçoso para a regeneração do PVPP.

No método da presente invenção as partículas de PVPP são adicionadas à levedura fermentada líquida antes da depuração. Em seguida, uma suspensão espessa contendo as partículas de PVPP é removida do líquido fermentado usando filtração de membrana e a suspensão espessa obtida é filtrada num filtro com uma dimensão do poro na margem de 0.1-80 µm para produzir um concentrado que contém partículas de PVPP. Subsequentemente, as partículas de PVPP contidas no concentrado são regeneradas pela dessorção dos polifenóis e/ou da proteína das ditas partículas do PVPP e por separação dos polifenóis dessorvidos e/ou da proteína dessorvida das partículas de PVPP. Finalmente, depois de uma seguinte refinação opcional das partículas regeneradas de PVPP, as partículas regeneradas são reutilizadas no método.

Mais particularmente, a presente invenção provê um método de preparação de uma bebida fermentada com levedura, compreendendo o dito método as fases de:

- a. fermentar o mosto com uma levedura biologicamente activa para produzir um líquido fermentado;
- b. opcionalmente remover a levedura do líquido fermentado (por exemplo por centrifugação);
- c. combinar o líquido fermentado com partículas de polivinilpolipirrolidona (PVPP) para ligar pelo menos uma fracção dos polifenóis e/ou das proteínas contidos no líquido fermentado;

d. submeter a combinação do líquido fermentado e das partículas do PVPP para filtração de membrana e remover uma suspensão espessa contendo as partículas do PVPP do líquido fermentado, sendo a dita suspensão espessa obtida como concentrado da filtração por membrana;

e. filtrar a suspensão espessa removida num filtro com uma dimensão do poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  para produzir um concentrado de PVPP enriquecido e um filtrado de PVPP depletado;

f. regenerar as partículas de PVPP contidas no concentrado por dessorção dos polifenóis e/ou da proteína das ditas partículas de PVPP e separando os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP; e

g. depois de outra refinação opcional das partículas regeneradas do PVPP, recircular as partículas regeneradas de PVPP para a fase c.

A filtração da suspensão espessa removida por um filtro com uma dimensão do poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  oferece a importante vantagem de que permite que as partículas de PVPP sejam separadas das mais pequenas células de levedura antes da regeneração das partículas de PVPP. Assim, as partículas de PVPP contidas no concentrado podem ser regeneradas sem dificuldade e as partículas regeneradas de PVPP retêm a sua alta afinidade aos polifenóis e proteínas mesmo depois de múltiplos ciclos de regeneração. O presente método oferece também o benefício de que a reciclagem das partículas de PVPP possa ser levado a cabo no equipamento de pequena dimensão e relativamente simples.

## DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Deste modo, a presente invenção refere-se a um método de preparação de uma bebida fermentada com levedura, compreendendo o dito método as fases de:

- a. fermentar o mosto com uma levedura biologicamente activa para produzir um líquido fermentado que contém levedura, álcool, polifenóis e proteína;
- b. opcionalmente remover a levedura do líquido fermentado;
- c. combinar o líquido fermentado com partículas de polivinilpirrolidona (PVPP) para ligar pelo menos uma fracção dos polifenóis e/ou das proteínas contidas no líquido fermentado para as ditas partículas de PVPP, tendo pelo menos 80 % em peso das ditas partículas de PVPP um diâmetro na margem de 5-300  $\mu\text{m}$ ;
- d. submeter a combinação do líquido fermentado e das partículas do PVPP para filtração por membrana e remover uma suspensão espessa que contém as partículas do PVPP do líquido fermentado, sendo a dita suspensão espessa obtida como concentrado da filtração por membrana;
- e. filtrar a suspensão espessa num filtro com uma dimensão do poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  para produzir um concentrado de PVPP enriquecido e um filtrado de PVPP depletado;
- f. regenerar as partículas do PVPP contidas no concentrado de PVPP enriquecido por dessorção dos polifenóis e/ou da

proteína das ditas partículas de PVPP e separar os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP; e

g. depois de uma outra refinação opcional das partículas regeneradas de PVPP, recircular as partículas regeneradas de PVPP para a fase c.

O termo "mosto" como é usado neste documento refere-se ao líquido extraído do processo de trituração durante o fabrico de por exemplo cerveja ou whisky. O mosto contém açúcares, derivados de uma fonte de grão, tal como malte, que são fermentados pela levedura de fabrico de cerveja para produzir álcool, sabor etc.

Os termos concentrado do PVPP enriquecido e filtrado de PVPP depletado são usados para indicar que o concentrado compreende mais partículas de PVPP que o filtrado, embora o filtrado possa ainda compreender algumas partículas de PVPP.

Sempre que neste documento é feita referência à ligação/dessorção de polifenóis e/ou de proteínas a/de partículas de PVPP o que se quer dizer é que os polifenóis ou a proteína estão ligados às ou são dessorvidos das partículas do PVPP enquanto tais ou como parte de complexos de por exemplo polifenóis (polimerizados) e proteínas.

Numa forma de realização do presente método, nenhuma levedura é removida do líquido fermentado antes de ser combinada com as partículas do PVPP. De acordo com esta forma de realização, o líquido fermentado que contém as partículas do PVPP habitualmente compreende levedura numa concentração de

pelo menos 5 mg de levedura molhada por kg de líquido fermentado. Mais preferencialmente a dita concentração de levedura está dentro de uma margem de 10-10,000 mg de levedura molhada por kg de líquido fermentado, mais preferivelmente dentro uma margem de 50-10,000 mg de levedura molhada por kg de líquido fermentado.

Numa forma de realização alternativa do presente método a levedura é removida do líquido fermentado antes de o dito líquido ser combinado com as partículas de PVPP. A levedura pode adequadamente ser removida nesta etapa do método por meios de sedimentação, tais como decantação ou centrifugação, sendo preferida a centrifugação. De acordo com esta forma de realização, o teor de levedura do líquido fermentado depois da remoção de levedura não excede os 50 mg de levedura molhada por kg de líquido fermentado, mais preferencialmente não excede os 5 mg de levedura molhada por kg de líquido fermentado. A quantidade de levedura molhada contida num líquido fermentado pode adequadamente ser determinada por uma medição de consistência standard, por exemplo tomar uma quantidade de peso de amostra do líquido de fermentação, em seguida centrifugar este e decantar o sobrenadante e por fim medir o peso do granulado centrifugado.

Habitualmente, no presente método as partículas de PVPP estão combinadas com o líquido fermentado num rácio de peso de 1:100,000 para 1:100, mais preferencialmente num rácio de peso de 1:30,000 para 1:1000.

No presente método, a combinação do líquido fermentado e das partículas de PVPP é adequadamente obtida misturando o líquido fermentado com as partículas de PVPP.

A suspensão espessa que é removida do líquido fermentado contém preferencialmente pelo menos 0.1 g/l, mais preferencialmente 1-200 g/l das partículas de PVPP.

É ainda mais preferido que pelo menos 95 % em peso das partículas de PVPP molhadas contidas na suspensão espessa tenham uma densidade de menos do que 1.2 g/ml, preferencialmente de 1.0-1.1 g/ml.

No presente método, a suspensão espessa que é removida do líquido fermentado pode ser filtrada enquanto tal, ou alternativamente, a suspensão espessa pode ser pré-diluída antes da filtração, por exemplo combinando a suspensão espessa com um líquido cáustico de regeneração. Habitualmente, a suspensão espessa que é filtrada tem um teor de sólidos na margem de 0.5-300 g/l, mais preferencialmente de 1-200 g/l e mais preferivelmente de 10-200 g/l.

A suspensão espessa que contém as partículas de PVPP é removida do líquido fermentado por meio de filtração por membrana. A filtração por membrana oferece a vantagem de permitir a recuperação e a regeneração das partículas de PVPP em rendimentos muito altos.

A filtração por membrana pode adequadamente ser empregue no presente método não só para remover as partículas de PVPP do líquido fermentado, mas também para remover a levedura e outros componentes de formação de turvação. Assim, de acordo com uma forma preferida de realização, o filtrado obtido do filtro por membrana é um líquido límpido, clarificado, notavelmente uma cerveja clarificada. O anteriormente

mencionado o filtro por membrana habitualmente tem uma dimensão do poro na margem de 0.1-5  $\mu\text{m}$ , mais preferencialmente de 0.2-1  $\mu\text{m}$ .

No caso de que o presente método empregue um filtro por membrana para remover a suspensão espessa, é preferível não empregar um filtro auxiliar, que não seja o de partículas de PVPP.

Como explicado anteriormente neste documento, o presente método pode ser levado a cabo usando partículas de PVPP de utilização única assim como partículas de PVPP regeneráveis. Habitualmente, estas partículas de PVPP têm um diâmetro de média ponderada de massa de 10-300  $\mu\text{m}$ . De acordo com uma forma de realização da presente invenção, o método emprega partículas do PVPP de utilização única com um diâmetro de média ponderada de massa de 10-60  $\mu\text{m}$ , mais preferencialmente de 12-50  $\mu\text{m}$ . De acordo com outra forma de realização, o presente método emprega partículas de PVPP regeneráveis com um diâmetro de média ponderada de massa de 30-300  $\mu\text{m}$ , mais preferencialmente de 40-200  $\mu\text{m}$ .

As partículas de PVPP usadas no presente método habitualmente têm uma área de superfície específica de mais que 0.1  $\text{m}^2/\text{g}$ . Mais preferencialmente, a área de superfície específica das partículas de PVPP jaz dentro da margem de 0.15-5  $\text{m}^2/\text{g}$ .

De acordo com uma forma de realização preferida, o filtro usado para a filtração da suspensão espessa tem uma dimensão do poro não mais do que 80  $\mu\text{m}$ , particularmente preferido não mais do que 60  $\mu\text{m}$ , ainda mais preferencialmente de não mais do que 50  $\mu\text{m}$ .



No caso de que se usem partículas de PVPP de utilização única um filtro com uma dimensão do poro de não mais do que 40  $\mu\text{m}$ , preferencialmente não mais do que 30  $\mu\text{m}$ , pode adequadamente ser usado. A dimensão do poro do filtro é habitualmente pelo menos 1  $\mu\text{m}$ , ainda mais preferencialmente pelo menos 5  $\mu\text{m}$ . Mais preferivelmente, o dito filtro tem uma dimensão do poro de pelo menos 10  $\mu\text{m}$ . O uso de um filtro com uma dimensão do poro de 10  $\mu\text{m}$  ou mais oferece a vantagem de que mais células de levedura são capazes de passar através de estes poros. Assim, a filtração da suspensão espessa pode vantajosamente ser usada para produzir um concentrado de PVPP enriquecido que contém não mais que uma quantidade limitada de levedura.

Habitualmente, pelo menos 50 % em peso, mais preferencialmente pelo menos 70 % em peso e mais preferivelmente pelo menos 90 % em peso da levedura contida na suspensão espessa passa através do filtro para terminar no filtrado de PVPP depletado.

Exemplos de filtros que podem ser usados adequadamente para filtrar a suspensão espessa incluem filtros de folha, filtros de disco e filtros de vela.

Uma vantagem importante do presente método jaz no facto de que a filtração da suspensão espessa pode ser levada a cabo numa unidade de filtro relativamente pequena. Neste aspecto, o presente método claramente distingue-se dos métodos habitualmente usados na indústria do fabrico de cerveja pela recuperação do PVPP regenerável. Nestes métodos existentes são empregadas grandes unidades de filtro para que o volume total de cerveja clarificada passe através de estas unidades.

Habitualmente, a quantidade de líquido fermentado que é processado num ciclo do presente método iguala pelo menos 50 hl por metro quadrado da área de superfície do filtro que é empregado para filtrar a suspensão espessa. Mais preferencialmente, o rácio anteriormente mencionado é de pelo menos 100 hl/m<sup>2</sup>, mais preferivelmente o dito rácio está na margem de 100-500 hl/m<sup>2</sup>.

O presente método oferece a vantagem de que as partículas de PVPP podem ser recuperadas do concentrado de PVPP enriquecido em altos rendimentos. Um rendimento de 80 % em peso é facilmente obtido, e mesmo rendimentos de mais do que 95 % em peso são praticáveis.

A filtração da suspensão espessa de acordo com o presente método preferencialmente rende um concentrado de PVPP enriquecido em que o rácio de peso das partículas de PVPP para a levedura é substancialmente maior do que o mesmo rácio de peso no filtrado do PVPP depletado. Consequentemente, numa forma de realização preferida o rácio de peso das partículas de PVPP para levedura do concentrado de PVPP enriquecido é pelo menos 3 vezes, mais preferencialmente pelo menos 5 vezes maior do que o mesmo rácio de peso do filtrado de PVPP depletado.

Durante um ciclo do presente método habitualmente pelo menos 0.2 kg de partículas de PVPP são recuperados no concentrado de PVPP enriquecido por metro quadrado da área de superfície do filtro que é empregado para filtrar a suspensão espessa. Mais preferencialmente, este último rácio está dentro da margem de 0.5-30 kg/m<sup>2</sup>, mais preferivelmente o rácio jaz dentro da margem de 1-10 kg/m<sup>2</sup>.

Habitualmente, a filtração da suspensão espessa é completada em menos de 2 horas, mais preferencialmente em menos de 1 hora.

Um elemento essencial da regeneração das partículas de PVPP é a dessorção dos polifenóis e/ou das proteínas que estão ligadas às partículas de PVPP. Preferencialmente, os polifenóis e/ou as proteínas são dessorvidos das partículas de PVPP mediante o aumento do pH para pelo menos 10.0, mais preferencialmente para pelo menos 11.0.

O presente método oferece a vantagem de que é possível dessorver os polifenóis e/ou as proteínas das partículas de PVPP durante a filtração da suspensão espessa combinando a suspensão espessa com um líquido aquoso cáustico antes de ou durante a filtração para aumentar o pH dos líquidos combinados para pelo menos 10.0, preferencialmente para pelo menos 11.0. Preferencialmente, a suspensão espessa é combinada com o líquido cáustico antes da filtração. Assim, a separação dos polifenóis e/ou das proteínas dessorvidos das partículas do PVPP é eficazmente conseguida assim que os polifenóis e/ou as proteínas passem através do filtro junto com a levedura para terminar no filtrado do PVPP depletado. As partículas regeneradas de PVPP terminam no concentrado de PVPP enriquecido que pode ainda ser processado antes de serem recirculadas para a fase b. do presente método.

Numa forma de realização alternativa, os polifenóis e/ou as proteínas são dessorvidos depois da filtração enxaguando o concentrado de PVPP enriquecido com um líquido aquoso cáustico com um pH de pelo menos 10.0, preferencialmente de

pelo menos 11.0. O enxaguamento é vantajosamente executado passando o líquido de enxaguamento através do concentrado do PVPP enriquecido enquanto este está em contacto com o filtro que foi usado para filtrar a suspensão espessa, e removendo o líquido de enxaguamento que contém os componentes dessorvidos através do filtro.

Nas anteriormente mencionadas formas de realização, depois do uso do líquido aquoso cáustico o concentrado de PVPP enriquecido é vantajosamente enxaguado com um ácido aquoso líquido, seguido do enxaguamento com água, antes de recircular as partículas do PVPP regenerado para a fase c. Também estas acções de enxaguamento são vantajosamente executadas passando os líquidos de enxaguamento através do concentrado de PVPP enriquecido enquanto este está em contacto com o filtro que foi usado para filtrar a suspensão espessa, e removendo os líquidos de enxaguamento através do filtro.

Para remover qualquer levedura residual que esteja compreendida no concentrado de PVPP enriquecido, pode ser vantajoso reduzir o teor de levedura do dito concentrado antes, durante ou depois da dessorção submetendo o concentrado do PVPP enriquecido para separação à sedimentação e/ou filtração. Preferencialmente, o teor de levedura do concentrado é reduzido mediante separação por sedimentação.

A terminologia "separação por sedimentação" como usada neste documento refere-se a uma técnica de separação em que as partículas sólidas que estão suspensas num líquido são separadas com base numa diferença de densidade. Sedimentação é a tendência das partículas em suspensão para assentar fora

do fluido no qual são arrastadas em resposta à gravidade e/ou à aceleração centrífuga.

O concentrado do PVPP enriquecido pode ser submetido adequadamente a diferentes técnicas de separação por sedimentação para separar a levedura e as partículas de PVPP. Exemplos de técnicas de separação por sedimentação que podem ser empregues incluem a decantação, a flutuação e a separação em hidrociclones; sendo preferida a flutuação e a separação por hidrociclones. Mais preferivelmente, o presente método emprega a flutuação para separar a levedura residual das partículas de PVPP contidas no concentrado de PVPP enriquecido. O termo "decantação" é usado para se referir à separação em que apenas é usada a força de gravitação para executar a separação.

A flutuação das partículas é regida pelo mesmo equilíbrio de forças que a sedimentação. A flutuação pode ser usada para a classificação de sólidos quando existe uma mistura de partículas de diferente densidade em suspensão.

Os inventores descobriram que a flutuação pode vantajosamente ser usada para separar as partículas de PVPP das células de levedura à medida que a velocidade de sedimentação das células de levedura tende a ser significativamente a ser maior do que as partículas de PVPP.

Portanto, de acordo com uma forma de realização particularmente preferida, a separação do concentrado de PVPP enriquecido numa fracção de levedura enriquecida e numa fracção de PVPP enriquecido compreende passar um líquido que compreende o dito concentrado através de um recipiente de

separação num fluxo ascendente e separadamente remover uma fracção de levedura enriquecida e uma fracção de PVPP enriquecido contendo as partículas de PVPP que devem ser recirculadas, sendo a dita fracção de PVPP enriquecido removida a jusante (e por cima) de onde a fracção de levedura enriquecida foi removida. Será entendido que o termo "recipiente de separação" como usado neste documento não deverá ser interpretado de forma restritiva dado que o recipiente pode adequadamente tomar a forma de, por exemplo, um tubo de pé. Preferencialmente, o fluxo ascendente é um fluxo laminar. Para obter a separação eficaz das partículas de PVPP e das células de levedura, é preferível passar o líquido que contém o concentrado de PVPP enriquecido através do recipiente de separação a uma velocidade de fluxo vertical de 0.01-10 mm/s, mais preferencialmente de 0.04-3 mm/s.

A separação por sedimentação empregada no presente método preferencialmente produz uma fracção de PVPP enriquecido na qual o rácio de peso das partículas do PVPP para a levedura é substancialmente mais alto do que o mesmo rácio de peso na fracção de levedura enriquecida. Consequentemente, numa forma preferida de realização o rácio de peso das partículas do PVPP para a levedura da fracção do PVPP enriquecido é pelo menos 3 vezes, mais preferencialmente pelo menos 5 vezes maior do que o mesmo rácio de peso da fracção de levedura enriquecida.

Da mesma forma, a concentração de levedura da fracção de levedura enriquecida é pelo menos 3 vezes, preferencialmente pelo menos 5 vezes maior do que a mesma concentração na fracção do PVPP enriquecido.

O presente método pode ser levado a cabo como um processo por lotes, um processo semi-contínuo ou um processo contínuo. Preferencialmente, o processo é levado a cabo como um processo por lotes.

O método pode ser levado a cabo por um dispositivo para preparar uma bebida fermentada com levedura, compreendendo o dito dispositivo:

- um recipiente de fermentação 10 para a fermentação do mosto com uma levedura biologicamente activa para produzir um líquido fermentado que contém levedura, álcool, polifenóis e proteína, compreendendo o recipiente de fermentação 10 uma entrada 11 para receber o mosto e uma saída 13 para o líquido fermentado,
- um dispositivo de dosagem de PVPP 60 para combinar o líquido fermentado com as partículas de polivinilpolipirrolidona (PVPP) para pelo menos ligar uma fracção de polifenóis e/ou de proteínas contidas no líquido fermentado com as ditas partículas de PVPP,
- um dispositivo com filtro 20 disposto para receber o líquido fermentado com as partículas de PVPP, compreendendo o dispositivo com filtro 20 uma saída 22 para a saída de uma suspensão espessa que contém as partículas de PVPP separadas do líquido fermentado pelo dispositivo com filtro 20,
- um dispositivo de separação 30 que compreende uma entrada 37 disposta para receber a suspensão espessa, o

dispositivo de separação 30 que compreende um filtro 38 com uma dimensão de poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  para produzir um filtrado de PVPP depletado e um concentrado de PVPP enriquecido, compreendendo ainda o dispositivo de separação uma primeira saída 31 para a saída do filtrado de PVPP depletado e uma segunda saída 32 para a saída do concentrado de PVPP enriquecido,

- uma alimentação cáustica 40 para a alimentação de um líquido cáustico para as partículas do PVPP a jusante do dispositivo com filtro 20 para gerar partículas de PVPP regeneradas,
- um trajecto de recirculação 61 para recircular as partículas de PVPP regeneradas para o dispositivo de dosagem PVPP 60.

As figuras 1 - 4 esquematicamente descrevem formas de realização diferentes destes dispositivos.

O recipiente de fermentação 10 compreende uma entrada adequada 11 para receber o mosto.

O dispositivo com filtro 20 compreende uma entrada 24 para receber o líquido fermentado da saída 13 do recipiente de fermentação 10. O dispositivo com filtro 20 compreende ainda uma saída 22 para a saída da suspensão espessa e uma outra saída 21 para a saída do líquido fermentado clarificado.

O dispositivo de dosagem de PVPP 60 pode ser disposto para fornecer partículas de PVPP ao recipiente de fermentação 10 ou à saída 13 do recipiente de fermentação ou ao dispositivo



com filtro 20 directamente. O dispositivo de dosagem de PVPP 60 pode compreender uma conduta de fornecimento de PVPP 61 para subministrar partículas de PVPP na posição apropriada no dispositivo.

O dispositivo com filtro 20 pode ser um filtro por membrana ou um filtro kieselguhr. O dispositivo com filtro 20 pode compreender uma entrada 24 que está disposta para receber o líquido fermentado da saída 13. A saída 22 do dispositivo com filtro 20 pode opcionalmente compreender um volume tampão 23 para permitir uma operação independente do dispositivo de separação 30.

O dispositivo com filtro 20 é um filtro por membrana e nele a suspensão espessa é obtida como concentrado da dita filtração por membrana. O filtro por membrana pode ter uma dimensão do poro na margem de 0.1-5  $\mu\text{m}$ , preferencialmente de 0.2-1  $\mu\text{m}$ .

A alimentação cáustica 40 pode compreender um recipiente 41 para guardar o líquido cáustico e uma saída 42 para subministrar o líquido cáustico do recipiente 41 à saída 22 ou ao dispositivo de separação por sedimentação 30. Preferencialmente, a alimentação cáustica é um fluido bombeável, ainda mais preferencialmente um líquido cáustico aquoso.

De acordo com uma forma de realização, o dispositivo compreende ainda uns meios de sedimentação ou de centrifugação 70 providos a jusante do recipiente de fermentação 10 e a montante da combinação do líquido fermentado com as partículas de PVPP para remover a levedura e outros sólidos do líquido fermentado. Um exemplo disto está

esquemáticamente representado na figura 1.

Alternativamente, a levedura pode ser removida por um dispositivo de separação 30, por exemplo pelo filtro 38 e possivelmente por um outro separador por sedimentação 130, descrito abaixo em relação à figura 4.

A alimentação cáustica 40 pode estar posicionada em diferentes posições, o que será explicado abaixo com mais detalhe.

A alimentação cáustica 40 pode ser provida a montante do filtro 38. A saída da alimentação cáustica 40 pode por exemplo estar conectada à saída 22 do dispositivo com filtro 20. Um exemplo disto é mostrado nas figuras 1, 3 e 4. A saída 22 pode compreender ainda um volume tampão 23 para permitir uma operação independente do processo de separação. No entanto o volume tampão 23 é opcional.

Opcionalmente, meios de agitação 35 podem estar providos, preferencialmente providos a jusante da alimentação cáustica 40 e a montante do dispositivo de separação por sedimentação 30, para promover a mistura completa do filtro concentrado e do líquido cáustico. Os meios activos 35 podem por exemplo ser providos no volume tampão 23 (como é mostrado nas figuras) mas também podem ser providos numa das condutas.

De acordo com uma alternativa, mostrada na figura 2, a alimentação cáustica 40 é provida a jusante do dispositivo de separação 30. Neste caso, um outro dispositivo de separação 50 está provido a jusante da alimentação cáustica 40 para receber o líquido cáustico combinado e as partículas do PVPP

do dispositivo de separação 30 para separar os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP regeneradas. Outro dispositivo de separação 50 (descrito com mais detalhe abaixo), pode por exemplo compreender um filtro ou um crivo. O concentrado do PVPP enriquecido é passado através do filtro ou do crivo, sendo o dito filtro ou crivo permeável aos polifenóis e/ou às proteínas mas impermeável às partículas de PVPP. Vantajosamente, o filtro ou o crivo empregado para separar os polifenóis dessorvidos e/ou as proteínas das partículas do PVPP tem uma dimensão do poro na margem de 1-50  $\mu\text{m}$ .

De acordo com uma forma alternativa de realização, a separação dos polifenóis dessorvidos e/ou das proteínas das partículas do PVPP é obtida provendo um ou mais hidrociclones como separador adicional 50 e passando o concentrado de PVPP enriquecido através dos ditos um ou mais hidrociclones. Um hidrociclone é um dispositivo para classificar, separar ou ordenar as partículas numa suspensão líquida baseada nas densidades das partículas.

Os hidrociclones normalmente têm uma secção cilíndrica no topo onde o líquido está a ser alimentado tangencialmente, e uma base cónica. Um hidrociclone tem duas saídas no eixo: a menor no fundo (esvaziamento ou rejeição) e uma maior no topo (enchimento ou aceitação). O esvaziamento é geralmente a fracção mais densa ou mais espessa, enquanto o enchimento é a fracção mais leve ou mais fluida. Um exemplo de um hidrociclone está esquematicamente representado na figura 5, ainda que a figura 5 seja provida para mostrar um separador por sedimentação alternativo 130.

No presente método, o esvaziamento habitualmente não representa mais do que 60 % em peso da alimentação, mais preferencialmente o dito esvaziamento representa 10-50 % em peso da alimentação.

Num hidrociclone a força de separação está provida por uma força centrífuga, possivelmente em combinação com a força gravitacional.

Novamente, opcionalmente os meios de agitação 35 podem estar providos a jusante da alimentação cáustica 40 (não mostrado na figura 2).

Como anteriormente mencionado, o dispositivo pode ainda compreender um outro dispositivo de separação 50 provido a jusante em relação à alimentação cáustica 40. O outro dispositivo de separação 50 pode estar disposto para receber o líquido cáustico combinado e as partículas de PVPP do dispositivo de separação 30 para separar os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP regeneradas. O outro dispositivo de separação 50 está esquematicamente representado na figuras 2 e 3.

No entanto, no caso de que a alimentação cáustica 40 esteja provida a montante em relação ao dispositivo de separação 30 e o filtro 38 do dispositivo de separação 30 tenha uma dimensão do poro na margem de 1-50  $\mu\text{m}$ , o outro dispositivo de separação 50 pode ser omitido já que o filtro 38 assegura a separação dos polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP regeneradas. Exemplos disto estão mostrados nas figuras 1 e 4. Os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida irão atravessar o filtro 38 e sair

no outro dispositivo de separação 30 primeiro via saída 31 como parte do filtrado de PVPP depletado.

No caso em que a alimentação cáustica 40 esteja provida a jusante em relação ao filtro 38 e/ou à alimentação cáustica 40 ela é provida a montante em relação ao filtro 38 mas o filtro 38 não está disposto para filtrar os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP regeneradas, o outro dispositivo de separação 50 pode estar provido.

Como mostrado esquematicamente na figura 4, o dispositivo de separação 30 pode ainda compreender um separador por sedimentação 130 disposto para receber o concentrado de PVPP enriquecido do filtro 38 para remover a levedura residual do concentrado de PVPP enriquecido e produzir a fracção de PVPP enriquecido.

Como já indicado acima, o separador por sedimentação 130 pode estar provido por um separador por decantação, um separador de flutuação ou um hidrociclone, a título de exemplo a figura 2 mostra um separador de flutuação.

Os termos decantação e separador por decantação são usados para referir separadores em que apenas a força gravitacional é usada como força de separação. Um recipiente de decantação (não mostrado) pode estar provido onde o concentrado do PVPP enriquecido é colocado, permitindo à levedura residual assentar no fundo e obtendo um concentrado ainda mais concentrado do PVPP enriquecido da superfície líquida.

Um separador de flutuação pode estar provido como separador

por sedimentação 130, que compreende um recipiente de separação 131 disposto para passar um líquido (via entrada 137) compreendendo o concentrado de PVPP enriquecido através do recipiente de separação 131 num fluxo ascendente e remover uma fracção de levedura enriquecida (via saída 131) e um ainda mais enriquecido concentrado de PVPP via saída 132, sendo o dito ainda mais enriquecido concentrado de PVPP removido a jusante (e por cima) de onde a fracção de levedura enriquecida é removida.

A saída para a fracção de levedura enriquecida 131 pode estar situada por cima (a jusante) ou por baixo (a montante) da entrada 137. De acordo com uma forma preferida de realização, a saída para a fracção de levedura enriquecida 131 está situada por cima e a jusante da entrada 137.

Preferencialmente o dispositivo de separação de flutuação 130 compreende uma secção inferior cónica 133 e uma secção superior cilíndrica 134. Preferencialmente a entrada 137 está conectada à extremidade inferior da secção superior cilíndrica 134 ou à secção inferior cónica 133. Ainda mais preferencialmente, a entrada 137 está conectada à secção inferior cónica 133, mais preferivelmente ao final do fundo da secção inferior cónica 133.

A saída para a fracção enriquecida de levedura 131 está adequadamente situada na extremidade inferior da secção superior cilíndrica 134 ou na secção inferior cónica 133. Mais preferencialmente, a saída 131 está situada no topo da secção inferior cónica 133, na extremidade inferior da secção superior cilíndrica 134 ou no final do fundo da secção inferior cónica 133. Mais preferivelmente, a saída 131 está

situada no topo da secção inferior cónica 133 ou na extremidade inferior da secção superior cilíndrica 134.

A saída para o concentrado ainda mais enriquecido de PVPP 132 está preferencialmente situada no topo da secção superior cilíndrica 134.

Alternativamente, o separador por sedimentação 130 está provido por um hidrociclone. A figura 5 mostra esquematicamente um exemplo de um hidrociclone. Um hidrociclone é um dispositivo para classificar, separar ou ordenar partículas numa suspensão líquida baseado nas densidades das partículas.

O hidrociclone representado a título de exemplo compreende uma secção cilíndrica 234 no topo onde o líquido está a ser alimentado tangencialmente (neste caso provido pela entrada 137), e uma base cónica 233. Um hidrociclone tem duas saídas no eixo: a menor no fundo (esvaziamento ou rejeição) sendo para uma saída da fracção enriquecida de levedura 131 e uma maior no topo (enchimento ou aceitação) sendo para uma saída do concentrado de PVPP enriquecido 132.

Num hidrociclone a força de separação está provida por uma força centrífuga, possivelmente em combinação com a força gravitacional.

A invenção é ainda ilustrada mediante o seguinte exemplo não limitativo.

#### EXEMPLOS

Uma suspensão espessa recentemente preparada de partículas do PVPP regeneráveis (Divergan® RS, como o fornecido por BASF) foi dosificada para dentro da cerveja Heineken® não estabilizada antes da filtração por membrana (dimensão do poro 0.5  $\mu\text{m}$ ). Depois de 3 horas e 45 minutos de filtração a 8 hl/hr no filtro por membrana (com uma área de filtro de 10  $\text{m}^2$ ), o filtro foi drenado e o PVPP usado foi recolhido.

O PVPP (1 kg) usado foi transferido para um tambor de filtro pequeno com um volume interno de 12 litros, que continha placas de filtro com 50  $\mu\text{m}$  de dimensão de malha e aproximadamente 0.1  $\text{m}^2$  de área de filtro. Ele foi filtrado a 1 hl/hr; subsequentemente o concentrado de PVPP foi enxaguado com um 2 % de solução NaOH a uma temperatura de 60 °C durante 10 minutos com o mesmo fluxo. Por último o concentrado de PVPP foi lavado à pressão com fases de ácido e água. A cor da filtração ficou castanha quase imediatamente quando o PVPP e a solução NaOH usados foram combinados.

Amostras de suspensão espessa de PVPP fresco, sem usar; PVPP usado antes da flutuação; e as amostras de PVPP tomadas do aparelho de flutuação foram tomadas para medir a capacidade de adsorção.

O PVPP fresco tinha uma capacidade de absorção de 44 %, como o medido por uma análise standard na qual uma solução de catequina foi posta em contacto com uma quantidade definida de PVPP e a redução de catequina nesta solução foi tomada como medida para a capacidade de adsorção. Depois da filtração no filtro por membrana foi deixada uma capacidade de adsorção de 14 %. O PVPP regenerado tinha uma capacidade de adsorção de 47 %. 98 % da levedura presente na suspensão



espessa foi removida pelo processo de regeneração no filtro.

Resultados similares podem ser obtidos por grau de PVPP de utilização única, em combinação com uma menor dimensão de malha de filtro (<40  $\mu\text{m}$ ).

Lisboa, 23 de Fevereiro de 2015

## REFERÊNCIAS

Esta lista de referências citadas pelo Titular tem como único objectivo ajudar o leitor e não forma parte do documento de patente europeia. *Ainda que na sua elaboração se tenha tido o máximo cuidado, não se podem excluir erros ou omissões e a EPO não assume qualquer responsabilidade a este respeito.*

### **Documentos de Pedidos de Patente citadas na descrição**

- WO 9916531 A
- US 6117459 A
- US 20090291164 A

## REIVINDICAÇÕES

1. Um método de preparação de uma bebida fermentada com levedura, compreendendo o dito método as fase de:

a. fermentar o mosto com uma levedura biologicamente activa para produzir um líquido fermentado que contenha levedura, álcool, polifenóis e proteína;

b. opcionalmente remover a levedura do líquido fermentado;

c. combinar o líquido fermentado com partículas de polivinilpolipirrolidona (PVPP) para ligar pelo menos uma fracção dos polifenóis e/ou das proteínas contidas no líquido fermentado nas ditas partículas de PVPP, tendo pelo menos 80 % em peso das ditas partículas de PVPP um diâmetro na margem de 5-300  $\mu\text{m}$ ;

d. submeter a combinação do líquido fermentado e das partículas de PVPP à filtração por membrana e remover uma suspensão espessa contendo partículas de PVPP do líquido fermentado, sendo a dita suspensão espessa obtida como concentrado da filtração de membrana;

e. filtrar a suspensão espessa através de um filtro com uma dimensão de poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  para produzir um concentrado de PVPP enriquecido e um filtrado de PVPP depletado;

f. regenerar as partículas do PVPP contidas no concentrado de PVPP enriquecido por dessorção de polifenóis e/ou de proteína

das ditas partículas de PVPP e separar os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP; e

g. depois de outra refinação opcional das partículas regeneradas de PVPP, recircular as partículas regeneradas de PVPP para fase c.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o filtro de membrana ter uma dimensão de poro na margem de 0.1-5  $\mu\text{m}$ , preferencialmente de 0.2-1  $\mu\text{m}$ .

3. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por o filtro usado para filtrar a suspensão espessa ter uma dimensão de poro na margem de 1-50  $\mu\text{m}$ .

4. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por pelo menos 80 % em peso, preferencialmente pelo menos 95 % em peso das partículas de PVPP ser recuperado no concentrado do PVPP enriquecido.

5. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por pelo menos 50 % em peso da levedura contida na suspensão espessa passar através do filtro para terminar no filtrado de PVPP depletado.

6. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por os polifenóis e/ou as proteínas serem dessorvidas das partículas de PVPP mediante o aumento do pH para pelo menos 10.0, preferencialmente para pelo menos 11.0.

7. Método de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por o pH ser aumentado para pelo menos 10.0, preferencialmente para pelo menos 11.0, antes ou durante a filtração.

8. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por as partículas de PVPP no concentrado de PVPP enriquecido serem regeneradas com o enxaguamento do dito concentrado com um líquido cáustico aquoso com um pH de pelo menos 10.0, preferencialmente de pelo menos 11.0.

9. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por pelo menos 0.2 kg das partículas de PVPP serem recuperadas no concentrado de PVPP enriquecido por metro quadrado da área de superfície do filtro que é empregado para filtrar a suspensão espessa.

10. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por a combinação do líquido fermentado e as partículas do PVPP ser obtida mediante a mistura do líquido fermentado com as partículas de PVPP.

11. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por as partículas de PVPP serem combinadas com o líquido fermentado num rácio de peso de 1:100,000 para 1:100, preferencialmente 1:30,000 para 1:1000.

12. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por a suspensão espessa removida conter pelo menos 0.5 g/l, preferencialmente 1-200 g/l de partículas de PVPP.

13. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado por a levedura residual ser removida do concentrado de PVPP enriquecido submetendo o dito concentrado à separação por sedimentação.

14. Método de acordo com a reivindicação 13, caracterizado por a separação por sedimentação compreender a passagem de um líquido que compreende o concentrado de PVPP enriquecido através de um recipiente de separação num fluxo ascendente e por separadamente remover uma fracção de levedura enriquecida e uma fracção de PVPP enriquecido, sendo a dita fracção do PVPP enriquecido removida a jusante (e por cima) de onde a fracção de levedura enriquecida foi removida.

15. Um dispositivo para preparar uma bebida fermentada com levedura, compreendendo o dito dispositivo:

- um recipiente de fermentação (10) para fermentação do mosto com uma levedura biologicamente activa para produzir um líquido fermentado que contém levedura, álcool, polifenóis e proteína, compreendendo o recipiente de fermentação (10) uma entrada (11) para receber o mosto e uma saída (13) para o líquido fermentado,

- um dispositivo de dosagem de PVPP (60) para combinar o líquido fermentado com as partículas de polivinilpolipirrolidona (PVPP) para pelo menos ligar uma fracção de polifenóis e/ou de proteínas contidas no líquido fermentado com as ditas partículas de PVPP,

- um dispositivo com filtro de membrana (20) disposto para receber o líquido fermentado com as partículas de PVPP,

compreendendo o dispositivo com filtro de membrana (20) uma saída (22) para a saída de uma suspensão espessa que contém as partículas de PVPP separadas do líquido fermentado pelo dispositivo com filtro de membrana (20),

- um dispositivo de separação (30) que compreende uma entrada (37) disposta para receber a suspensão espessa, compreendendo o dispositivo de separação (30) um filtro (38) com uma dimensão de poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  para produzir um filtrado de PVPP depletado e um concentrado de PVPP enriquecido, compreendendo ainda o dispositivo de separação uma primeira saída (31) para a saída do filtrado de PVPP depletado e uma segunda saída (32) para a saída do concentrado de PVPP enriquecido,

- uma alimentação cáustica (40) para alimentação de um líquido cáustico para as partículas de PVPP a jusante do dispositivo com filtro de membrana (20) para gerar partículas de PVPP regeneradas,

- um trajecto de recirculação (61) para recircular as partículas de PVPP regeneradas para o dispositivo de dosagem de PVPP (60).

Lisboa, 23 de Fevereiro de 2015

## RESUMO

A presente invenção provê um método de preparação de uma bebida fermentada com levedura, compreendendo o dito método as fases de:

fermentar o mosto com uma levedura biologicamente activa para produzir um líquido fermentado que contenha levedura, álcool, polifenóis e proteína;

b. opcionalmente remover a levedura do líquido fermentado;

c. combinar o líquido fermentado com partículas de polivinilpolipirrolidona (PVPP) para ligar pelo menos uma fracção dos polifenóis e/ou das proteínas contidas no líquido fermentado nas ditas partículas de PVPP, tendo pelo menos 80 % em peso das ditas partículas de PVPP um diâmetro na margem de 5-300  $\mu\text{m}$ ;

d. remover uma suspensão espessa contendo partículas de PVPP do líquido fermentado;

e. filtrar a suspensão espessa através de um filtro com uma dimensão de poro na margem de 0.1-80  $\mu\text{m}$  para produzir um concentrado de PVPP enriquecido e um filtrado de PVPP depletado;

f. regenerar as partículas do PVPP contidas no concentrado de PVPP enriquecido por dessorção dos polifenóis e/ou de proteína das ditas partículas de PVPP e separar os polifenóis dessorvidos e/ou a proteína dessorvida das partículas de PVPP; e



g. depois de outra refinação opcional das partículas regeneradas de PVPP, recircular as partículas regeneradas de PVPP para fase c.

O método pode ser operado com PVPP de utilização única, assim como PVPP regenerável. Além disso, o presente método não requer hardware de filtro espaçoso para regenerar o PVPP. A invenção provê ainda um aparelho para levar a cabo o método acima mencionado.

Fig 1

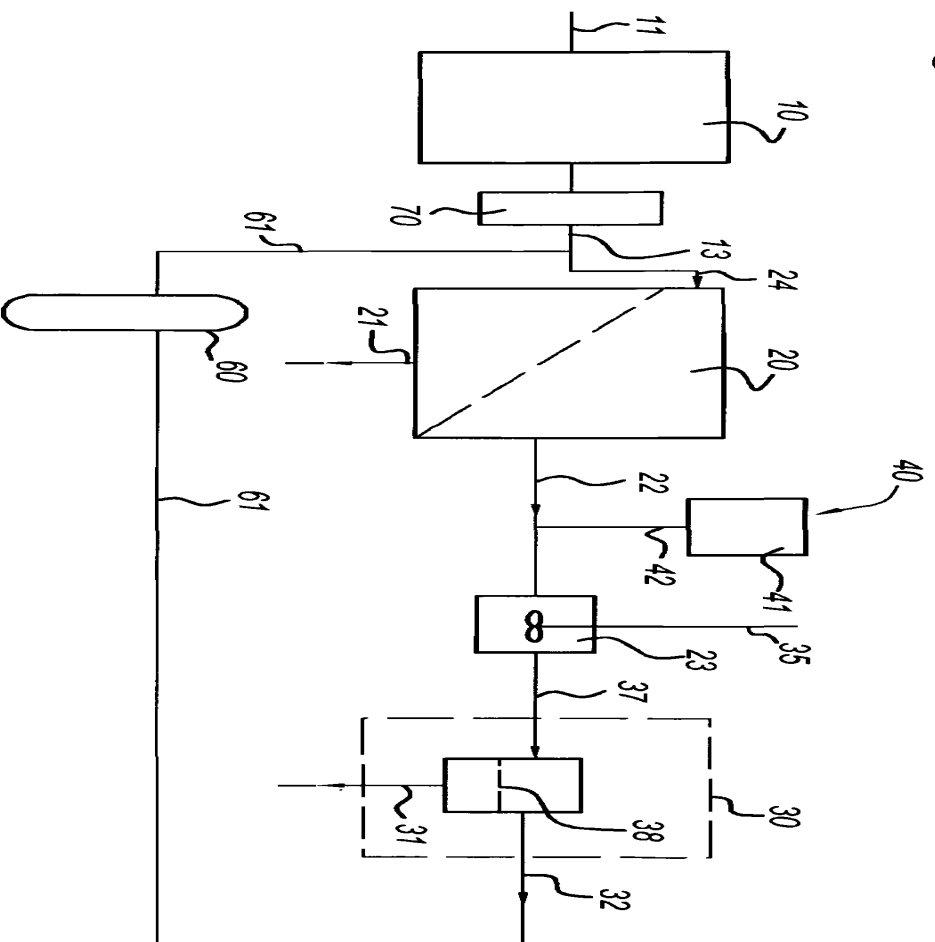


Fig 2

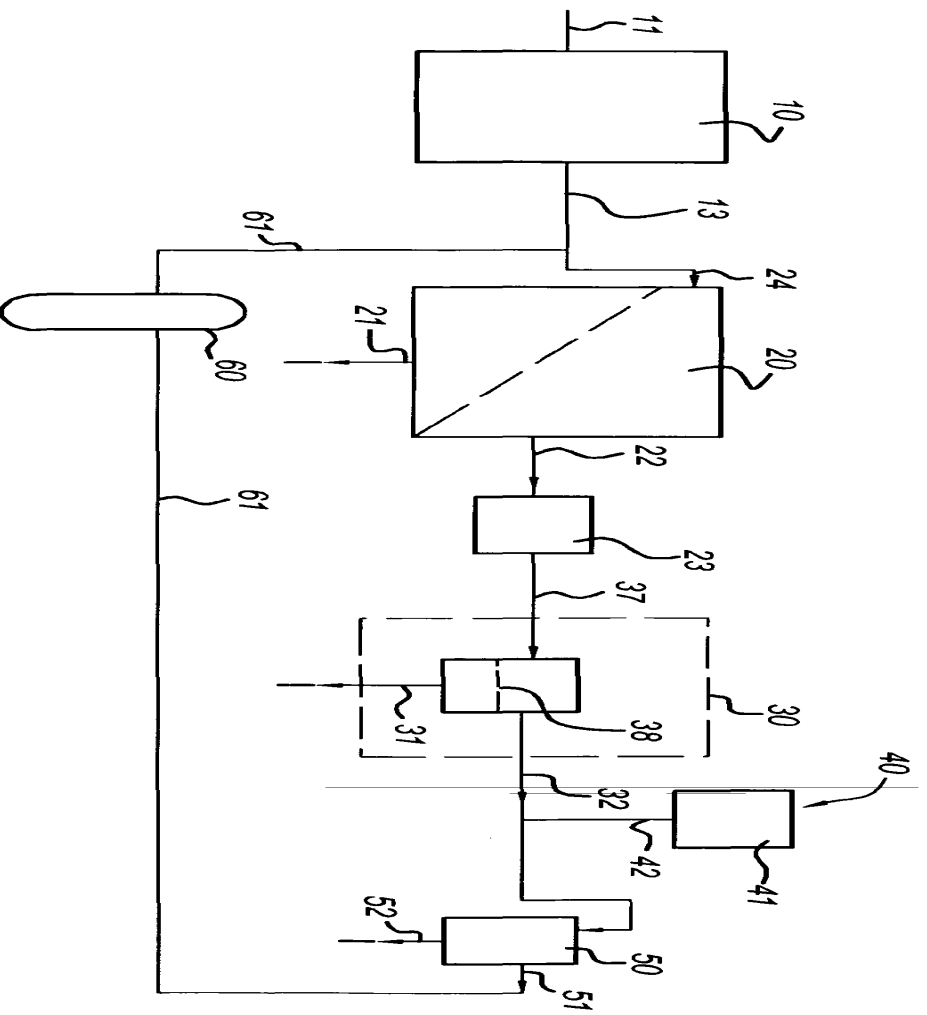


Fig 3

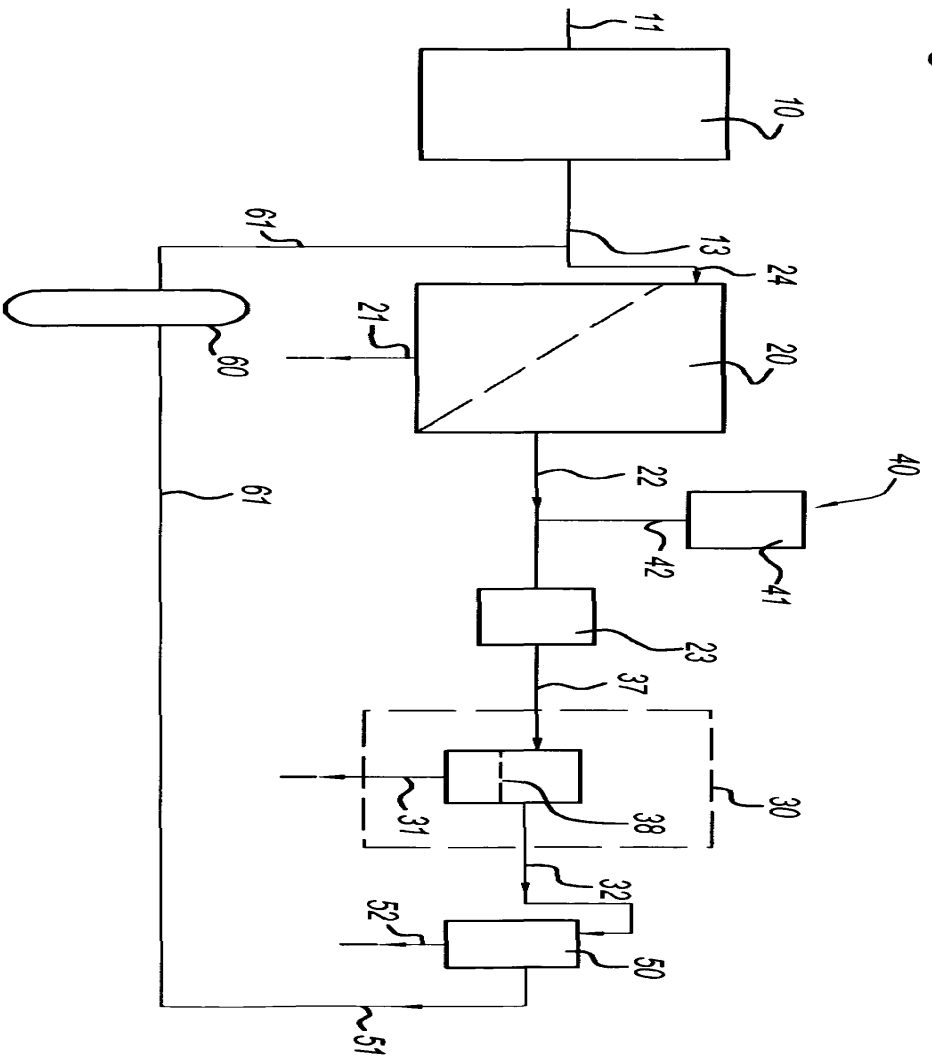
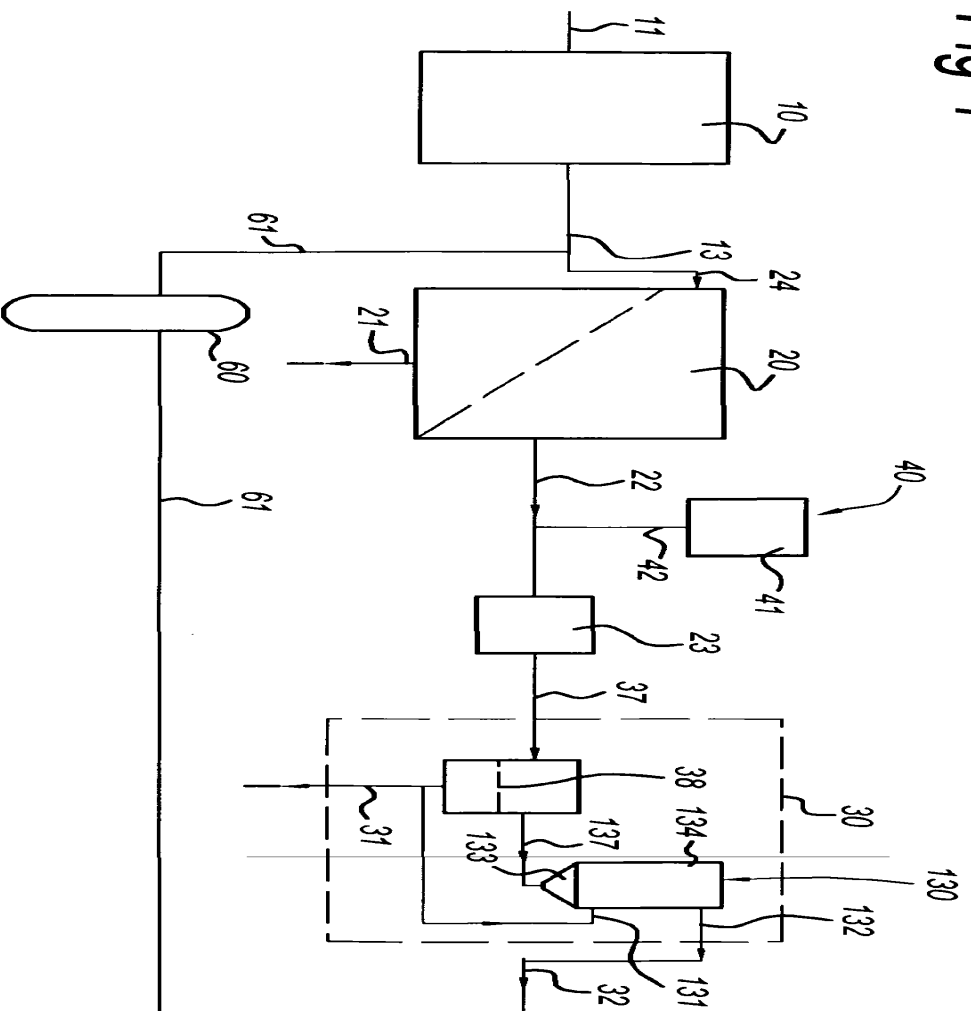


Fig 4



*Fig 5*

