

⑫

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ Procédé de traitement d'une composition protéique laitière pour la fabrication d'une composition liquide riche en lactose.

⑫② Date de dépôt : 25.03.21.

⑫③ Priorité :

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *EURODIA INDUSTRIE SAS — FR.*

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 30.09.22 Bulletin 22/39.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 03.01.25 Bulletin 25/01.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : LUTIN Florence, GONIN Anne et
LARGETEAU Denis.

⑦③ Titulaire(s) : EURODIA INDUSTRIE SAS.

⑦④ Mandataire(s) : BEAU DE LOMENIE.

FR 3 121 014 - B1



Description

Titre de l'invention : Procédé de traitement d'une composition protéique laitière pour la fabrication d'une composition liquide riche en lactose.

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne le domaine de la valorisation d'une composition protéique laitière, en particulier d'un lactosérum ou d'un perméat d'ultrafiltration du lait, pour la fabrication d'une composition liquide riche en lactose.

Technique antérieure

[0002] L'industrie agroalimentaire engendre, annuellement, des quantités importantes de sous-produits, qui peuvent générer des effets nocifs sur l'environnement lorsqu'ils ne peuvent être valorisés.

[0003] Le lactosérum est un sous-produit de la transformation du lait, en particulier de l'industrie fromagère, il peut être utilisé en alimentation animale, ou s'il ne peut être valorisé il est jeté. Aujourd'hui, et grâce aux différents processus de valorisation, son utilisation dans plusieurs domaines s'est considérablement élargie. En effet, le lactosérum est recherché comme matière première pour ses composants (protéines, lactose et minéraux) et représente, ainsi, une opportunité pour la fabrication de nouveaux produits.

[0004] Le lactosérum (Sérum Lactus), communément appelé "sérum" ou "petit-lait", est un coproduit laitier qui résulte soit de la coagulation du lait lors de la fabrication du fromage, notamment après la séparation de la caséine et de matières grasses pendant la coagulation du lait, soit d'un procédé de filtration membranaire du lait tel que la microfiltration du lait. Il s'agit de la partie liquide. La partie solide se nomme caillé. Il est aqueux, translucide et se caractérise par une couleur jaune verdâtre.

[0005] On distingue trois sortes de lactosérums : ceux issus des fabrications en milieu acide de caséines ou de fromages à pâte fraîche (lactosérums acides) ; ceux issus des fabrications de caséines mettant en œuvre une présure et des fromages à pâte pressée cuite ou demi-cuite (lactosérums doux) ; et ceux issus de la microfiltration du lait nommé sérum idéal ou natif (il s'agit du perméat de microfiltration du lait).

[0006] Le lactosérum est principalement formé d'eau, de lactose, de protéines, notamment de protéines sériques, et de minéraux. Le lactosérum peut être valorisé en isolant d'une part le lactose, et d'autre part les protéines. Les protéines de lactosérum peuvent être également valorisées en tant qu'ingrédient pour la fabrication de nombreux produits alimentaires, par exemple pour la fabrication de boissons nutritionnelles et protéiques.

[0007] Il est connu de traiter par ultrafiltration (UF) des lactosérums non déminéralisés afin de fabriquer des concentrés protéiques laitiers (WPC pour Whey Protein Concentrate en anglais) issus du rétentat d'ultrafiltration. Les perméats d'ultrafiltration sont quant à eux utilisés en alimentation animale, en méthanisation, ou en lactosérie. Ces perméats, pauvres en protéines, riche en lactose mais également en minéraux sont difficiles à valoriser. Les coûts de production de ces perméats d'UF sont souvent supportés par la haute valeur ajoutée de son coproduit, le WPC non déminéralisé.

[0008] Il existe ainsi un besoin pour améliorer la valorisation des sous-produits du lait, en particulier du lactosérum ou des perméats d'ultrafiltration du lait, notamment en développant de nouveaux débouchés et par la mise au point de procédés de traitement efficaces générant peu d'effluent(s) à traiter car valorisant au maximum les composés d'intérêt.

Exposé de l'invention

[0009] La présente invention a pour objet, selon un premier aspect, un procédé de traitement d'une composition protéique laitière pour l'obtention d'une composition liquide riche en lactose répondant aux problèmes précités, et comprenant les étapes :

- (i)- fourniture d'une composition protéique laitière;
- (ii)- ultrafiltration de ladite composition protéique laitière permettant l'obtention d'un perméat d'ultrafiltration et d'un rétentat d'ultrafiltration;
- (iii)- une étape de déminéralisation au moins partielle ayant lieu avant l'étape (ii) d'ultrafiltration et/ou après l'étape (ii) d'ultrafiltration ;
- (iv)- au moins une étape de traitement sur des résines échangeuses d'ions du perméat d'ultrafiltration, au moins partiellement déminéralisé, comprenant au moins une passe comprenant la percolation sur une résine cationique suivie d'une percolation sur une résine anionique.

[0010] Avantagusement, lors du passage de la composition protéique laitière dans l'unité d'ultrafiltration, les protéiques sériques sont retenues dans le rétentat d'ultrafiltration, et sont donc concentrées dans ce rétentat alors que l'eau et les molécules en solution de faible poids moléculaire passent à travers la ou les membrane(s) d'ultrafiltration. La perméation des minéraux n'est pas équivalente à la perméation du lactose. Certains minéraux sont en effet liés aux protéines sériques et par conséquent retenus dans le rétentat.

[0011] La combinaison des étapes d'ultrafiltration (ii), de déminéralisation (iii) et d'au moins une passe sur des résines échangeuses d'ions lors de l'étape (iv) permet l'obtention d'une composition liquide riche en lactose et déminéralisée à partir de la composition protéique laitière de l'étape (i).

- [0012] La présente invention permet l'obtention d'une composition liquide riche en lactose, en particulier avec une fraction massique sèche en lactose supérieure ou égale à 90%.
- [0013] Pour des fractions massiques sèches en lactose supérieures ou égales à 90%, notamment supérieures ou égales à 95%, on peut considérer qu'il s'agit d'un lactose liquide.
- [0014] Le lactose existe dans l'état de la technique sous forme solide (par exemple en poudre), et est obtenu après traitement dans une lactoserie d'une composition liquide comprenant des fractions massiques sèches en lactose plus faibles que celles obtenues dans la présente invention.
- [0015] La présentation du lactose sous forme liquide est nouvelle. Cette forme présente de nombreux avantages pour sa mise en œuvre, notamment pour la formulation de produits laitiers. De plus, cela dispense les industriels utilisant la composition protéique laitière (i) de prévoir une lactoserie couteuse et complexe à mettre en œuvre.
- [0016] Le lactose obtenu par l'intermédiaire du procédé selon l'invention peut être valorisé sous forme liquide ou sous forme solide (en mettant en œuvre une étape d'évaporation de l'eau et de séchage).

Etape (iii) de déminéralisation

- [0017] L'étape (iii) de déminéralisation peut être toute étape de déminéralisation connue de l'homme du métier permettant d'abaisser la conductivité ($\mu\text{siemens/cm}$) et/ou la fraction massique sèche en minéraux et/ou en cendres : de la composition protéique laitière (i) avant l'étape d'ultrafiltration (ii), et/ou du perméat d'ultrafiltration (ii) avant l'étape iv) de traitement sur les résines échangeuses d'ions. L'intensité de cette déminéralisation est fonction de la fraction massique sèche en minéraux de la composition protéique laitière à l'étape i).
- [0018] Cette étape de déminéralisation (iii) peut avoir lieu avant l'étape d'UF (ii) afin de déminéraliser au moins partiellement la composition protéique laitière en entrée de l'étape d'UF (ii), et/ou après l'étape (ii) d'UF afin de déminéraliser au moins partiellement le perméat d'ultrafiltration en entrée de l'étape (iv) comprenant au moins une passe sur des résines échangeuses d'ions.
- [0019] Au final, le perméat d'ultrafiltration doit être fortement déminéralisé en entrée de l'étape (iv) sur les résines échangeuses d'ions afin d'augmenter la fraction massique sèche en lactose dans la composition liquide riche en lactose obtenue.
- [0020] Cette étape de déminéralisation peut être effectuée de manière non limitative telle que décrite dans le présent texte ou encore tel que décrite dans le brevet EP 1.053.685 B1 ou dans WO 2020/207894.
- [0021] On comprend par composition liquide riche en lactose obtenue, la composition récupérée/collectée en sortie de l'étape iv), ou après une étape de décoloration décrite ci-après ou une étape v) décrite ci-après pour ôter notamment le galactose.

[0022] De préférence, la température de la composition protéique laitière à l'étape (i) et/ou en entrée de l'étape (ii) et/ou du perméat d'UF obtenu à l'étape (ii) et/ou du rétentat d'UF obtenu à l'étape (ii) et/ou du perméat d'UF à l'étape (iv) et/ou de la composition liquide riche en lactose obtenue est supérieure à 0°C, plus particulièrement inférieure ou égale à 40°C, encore plus particulièrement inférieure ou égale à 30°C, notamment inférieure ou égale à 20°C.

[0023] De préférence, l'étape (ii) d'ultrafiltration et/ou l'étape de déminéralisation (iii) et/ou l'étape (iv) sur les résines échangeuses d'ions est/sont effectuée(s) (i.e en sorte de maintenir le produit traité) à une température supérieure à 0°C, plus particulièrement inférieure ou égale à 40°C, encore plus particulièrement inférieure ou égale à 30°C, notamment inférieure ou égale à 20°C.

Composition protéique laitière

[0024] La composition protéique laitière de l'étape (i) peut être choisie parmi, notamment est choisie dans la liste constituée par : le lait, notamment le lait écrémé, un lactosérum, et un mélange de ces derniers, éventuellement partiellement déminéralisé(s).

[0025] Le lactosérum selon l'invention peut être choisi parmi, notamment est choisi dans la liste constituée par : un lactosérum doux ; un lactosérum acide ; un lactosérum idéal ou natif, en particulier un perméat de microfiltration du lait; et un mélange de ces derniers.

[0026] Un lactosérum doux peut être obtenu par un traitement physico-chimique du lait (par exemple précipitation et/ou coagulation), en particulier mettant en œuvre de la présure, permettant de récupérer d'une part les caséines et d'autre part le lactosérum doux.

[0027] Un lactosérum idéal ou natif peut être obtenu par un traitement physique membranaire du lait, en particulier en mettant en œuvre une microfiltration, permettant de récupérer d'une part la caséine et d'autre part un lactosérum idéal.

[0028] Un lactosérum acide est de préférence obtenu par un traitement acide du lait, notamment mettant en œuvre de l'acide lactique et/ou de l'acide chlorhydrique, permettant de récupérer d'une part les caséines, et d'autre part le lactosérum acide.

[0029] La composition protéique laitière à l'étape (i), ou la composition protéique laitière avant ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape d'UF (ii), peut être pré-concentrée pour augmenter sa fraction massique sèche totale, mécaniquement (par exemple par osmose inverse ou nanofiltration ou une combinaison de ces derniers) et/ou thermiquement (par exemple par évaporation de l'eau).

[0030] La composition protéique laitière à l'étape (i) peut être partiellement déminéralisée ou non, c'est-à-dire brute.

[0031] L'étape de déminéralisation (iii) peut ainsi être une première déminéralisation lorsque la composition protéique laitière de l'étape (i) n'a pas subi de déminéralisation

préalable, ou une seconde ou nième étape de déminéralisation lorsque la composition protéique laitière de l'étape (i) a déjà été partiellement déminéralisée.

- [0032] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), de préférence obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, a une fraction massique en cendres, calculée par rapport à la masse sèche totale de ladite composition protéique laitière, supérieure à 0% et inférieure ou égale à 6%, de préférence inférieure ou égale à 2,5% environ.
- [0033] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, a un extrait sec supérieur ou égal à 5% et inférieur ou égal à 35%, encore de préférence supérieur ou égal 10% et inférieur ou égal à 30%.
- [0034] La composition protéique laitière à l'étape (i) est liquide lors de sa mise en œuvre. Elle peut être obtenue par reconstitution d'une solution liquide à partir de poudre(s) et/ou de liquide(s) mélangé(e)(s), par exemple par dispersion dans l'eau d'une poudre de lactosérum, éventuellement partiellement déminéralisée, ou d'une poudre de lait, éventuellement partiellement déminéralisée et écrémée, et de leurs mélanges.
- [0035] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), de préférence obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant une étape d'UF (ii), a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 70%, encore de préférence supérieur ou égal à 80%, préférentiellement supérieur ou égal à 85%, en particulier supérieur ou égal à 90%.
- [0036] De manière générale, la composition protéique laitière est issue du lait, lequel lait peut être issu de toute femelle laitière.
- [0037] De préférence, la composition protéique laitière est issue d'un lait choisi parmi : le lait de vache, le lait de chèvre, le lait de brebis, le lait d'ânesse, le lait de bufflonne, le lait de jument, le lait de chamelle, et un mélange de ces derniers, encore de préférence choisi parmi : le lait de vache, le lait de chèvre et le lait de brebis et un mélange de ces derniers, en particulier il s'agit du lait de vache.
- [0038] Le lactosérum comprend des protéines sériques, et de préférence ne comprend pas de caséines restées dans la partie prise en masse (coagulée) lors de la transformation du lait et/ou dans le rétentat de microfiltration du lait.
- [0039] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, est un lactosérum dont le rapport de la masse sèche de lactose sur la masse sèche totale dudit lactosérum, est supérieur ou égal à 50%, de préférence supérieur ou égal à 60%, encore de préférence supérieur ou égal à 70%, préférentiellement supérieur ou égal à 80%, en particulier supérieur ou égal à 85%.

- [0040] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, est un lactosérum dont le rapport de la masse sèche de lactose sur la masse sèche totale dudit lactosérum est inférieur ou égal à 90%.
- [0041] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, est un lactosérum dont le rapport de la masse sèche de la matière azotée totale (MAT), sur la masse sèche totale dudit lactosérum, est supérieur à 0%, de préférence supérieur ou égal à 1%, encore de préférence supérieur ou égal à 3%, préférentiellement supérieur ou égal à 5%.
- [0042] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, est un lactosérum, dont le rapport de la masse sèche de la matière azotée totale (MAT) sur la masse sèche totale dudit lactosérum, est inférieur ou égal à 30%, de préférence inférieur ou égal à 25%, préférentiellement inférieur ou égal à 20%.
- [0043] De préférence, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou obtenue après une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape (ii) d'UF, a une conductivité supérieure ou égale à 0,10 mS/cm, de préférence supérieure ou égale à 0,80 mS/cm, encore de préférence inférieure ou égale à 15 mS/cm.
- [0044] De préférence, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou en entrée de l'étape (ii) d'UF, comprend les cations suivants : calcium, magnésium, sodium, potassium.
- [0045] De préférence, la composition protéique laitière à l'étape (i), ou en entrée de l'étape (ii) d'UF, comprend les anions suivants : le chlorure, le phosphate, le sulfate, le lactate, et le citrate, qui sont en particulier les anions visés par le procédé de déminéralisation selon l'invention.
- [0046] On désigne dans le présent texte, par composition protéique laitière en entrée de l'étape d'UF (ii), une composition protéique laitière ayant éventuellement subi une étape de déminéralisation (iii).

Lactosérum doux#/ Lactosérum natif

- [0047] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i) est un lactosérum doux ou un lactosérum natif ou un mélange de ces derniers, éventuellement au moins partiellement déminéralisé (par exemple lors d'une étape (iii) avant l'étape (ii) d'ultrafiltration), qui présente l'une des propriétés suivantes, seule ou en combinaison :
- un pH compris entre 4.7 et 6.9 ;
 - le rapport de la masse sèche du lactose sur la masse totale sèche du lactosérum doux, ou du lactosérum natif, est supérieur ou égal à 70% ou 80%, notamment inférieur ou égal à 90% ou 85%;

- le rapport de la masse sèche de la matière azotée totale (MAT) sur la masse sèche totale du lactosérum doux, ou du lactosérum natif, est supérieur ou égal à 10%, de préférence supérieur ou égal à 12%, notamment inférieur ou égal à 20% ;
- le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du lactosérum doux, ou du lactosérum natif, est supérieur ou égal à 0,1%, en particulier supérieur ou égal à 0,3%,
- lorsque ledit lactosérum doux ou natif est partiellement déminéralisé, le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du lactosérum doux ou natif est inférieur ou égal à 4% ou 3%, ou
- le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du lactosérum doux ou natif est supérieur ou égal à 5%, en particulier supérieur ou égal à 7%, notamment inférieur ou égal à 13% (lorsque ledit lactosérum doux ou natif n'est pas déminéralisé).

Lactosérum acide

- [0048] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière à l'étape (i) est un lactosérum acide, éventuellement au moins partiellement déminéralisé (par exemple lors d'une étape (iii) avant l'étape (ii) d'ultrafiltration), qui présente l'une des propriétés suivantes, seule ou en combinaison :
- un pH inférieur ou égal à 6,5, en particulier supérieur ou égal à 4, plus particulièrement inférieur ou égal à 6,1 ;
 - le rapport de la masse sèche de lactose sur la masse sèche totale du lactosérum acide est supérieur ou égal à 50% ou 60% ou 70% ou 80%, notamment inférieur ou égal à 90%, en particulier inférieur ou égal à 85%, par exemple s'agissant d'un lactosérum issu de la fabrication en milieu acide de fromages ou en milieu acide de caséines ;
 - le rapport de la masse sèche de la matière azotée totale (MAT) sur la masse sèche totale du lactosérum acide est supérieur ou égal à 5%, notamment inférieur ou égal à 20%, en particulier inférieur ou égal à 15% ;
 - lorsque ledit lactosérum acide est au moins partiellement déminéralisé, le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du lactosérum acide est supérieur ou égal à 1,5%, notamment inférieur ou égal à 5%, ou
 - le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du lactosérum acide est supérieur ou égal à 5%, en particulier supérieur ou égal à 7%, notamment inférieur ou égal à 13% (lorsque ledit lactosérum acide n'est pas déminéralisé).

Etape (ii) d'ultrafiltration

- [0049] Avantagusement, l'ultrafiltration d'un lactosérum, en particulier qui est partiellement déminéralisé, permet d'augmenter la fraction massique en lactose dans le perméat. De plus, la fraction massique en cendres du rétentat d'ultrafiltration obtenu à

l'étape (ii) est proche de celle d'un isolat de protéines de lactosérum (WPI pour Whey Protein Isolate).

- [0050] Avantageusement, on remarque que les fractions massiques en calcium et en phosphore calculées par rapport à la masse sèche totale du rétentat d'UF d'un lactosérum déminéralisé au moins en partie, sont diminuées. Cette disposition permet de limiter, voire de supprimer, la précipitation du phosphate de calcium ou des protéines sur les membranes en-cours de concentration lors de l'étape (ii).
- [0051] Avantageusement, les protéines sont stabilisées thermiquement dans le rétentat d'ultrafiltration grâce à l'extraction préalable du calcium au cours de l'étape (iii) de déminéralisation ayant lieu avant l'étape (ii).
- [0052] Ces effets sont avantageux car les cendres et acides organiques peuvent être problématiques pour la mise en œuvre ultérieure des concentrés de protéines de lactosérum et pour l'encrassement des membranes d'ultrafiltration dans le temps.
- [0053] De plus, les flux de perméation sont améliorés, et les temps de production par rapport au temps de nettoyage sont optimisés.
- [0054] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche de lactose sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), est supérieur ou égal à 50%, de préférence supérieur ou égal à 60%, encore de préférence supérieur ou égal à 70%, préférentiellement supérieur ou égal à 75% ou 80%, plus préférentiellement supérieur ou égal à 85% ou 90%.
- [0055] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche de lactose sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), est inférieur ou égal à 96%.
- [0056] Dans un autre mode de réalisation, le rapport de la masse sèche de lactose sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), est supérieur ou égal à 96%.
- [0057] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche de la matière azotée totale (MAT), sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), est supérieur à 0%, de préférence supérieur ou égal à 1%, encore de préférence supérieur ou égal à 3%.
- [0058] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche de la matière azotée totale (MAT), sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat

d'UF (ii), est inférieur ou égal à 20%, de préférence inférieur ou égal à 15%, encore de préférence inférieur ou égal à 10%, préférentiellement inférieur ou égal à 5%.

- [0059] Dans un mode de réalisation, le perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 70%, en particulier supérieur ou égal à 75%, particulièrement supérieur ou égal à 80%, plus particulièrement supérieur ou égal à 85%.
- [0060] Dans un mode de réalisation, le perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 90%, en particulier supérieur ou égal à 95%.
- [0061] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), est supérieur ou égal à 0,1%, en particulier supérieur ou égal à 0,3%.
- [0062] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du perméat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii), ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) sur ledit perméat d'UF (ii), est inférieur ou égal à 4%, de préférence inférieur ou égal à 2%, encore de préférence inférieur ou égal à 1%.
- [0063] On désigne dans le présent texte par perméat d'UF (ii) en entrée de l'étape (iv) de passage sur les résines échangeuses d'ions, un perméat d'UF ayant éventuellement subi une étape de déminéralisation (iii).
- [0064] Le perméat d'UF de l'étape (ii) peut être préconcentré mécaniquement (par exemple par osmose inverse ou nanofiltration ou une combinaison de ces derniers) et/ou thermiquement (par exemple par évaporation de l'eau). Cette étape de concentration permet d'augmenter le taux massique de matière sèche et peut être réalisée avant ou après une étape de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii).

Etape (iv) sur résines échangeuses d'ions

- [0065] Avantagusement, l'étape iv) comprenant au moins une passe sur des résines échangeuses d'ions permet de déminéraliser, et éventuellement de désacidifier le perméat d'ultrafiltration de l'étape ii). Cette étape iv) permet également d'ôter la matière azotée résiduelle.
- [0066] L'étape iv) permet également d'augmenter la fraction massique sèche en lactose dans le perméat d'UF issu de l'étape ii) d'ultrafiltration. Si ce perméat d'UF n'est pas déminéralisé ou l'est mais insuffisamment, il est nécessaire de réaliser une étape de déminéralisation (iii) avant l'étape iv).

- [0067] La percolation sur une résine cationique permet également d'acidifier le perméat d'UF (ii), de préférence avant son passage sur une résine anionique qui permet de faire remonter le pH du perméat.
- [0068] La percolation sur une résine cationique est avantageusement une étape de substitution cationique, notamment des cations divalents et/ou monovalents par des ions hydrogène H^+ . En particulier cette étape est une étape d'acidification (c'est-à-dire que le pH du perméat d'UF (ii) est abaissé suite à son passage sur la résine cationique).
- [0069] La percolation sur une résine anionique est avantageusement une étape de substitution anionique, notamment des anions divalents et/ou monovalents par des ions hydroxyles, en particulier cette étape est une étape de neutralisation (c'est-à-dire que le pH du perméat d'UF (ii) est remonté suite à son passage sur la résine anionique).
- [0070] La résine cationique lors de l'étape (iv) peut être forte ou faible.
- [0071] La résine anionique lors de l'étape (iv) peut être forte ou faible.
- [0072] De préférence, la percolation sur une résine cationique est effectuée sans que cette dernière soit mélangée avec une résine anionique.
- [0073] De préférence, la percolation sur une résine anionique est effectuée sans que cette dernière soit mélangée avec une résine cationique.
- [0074] On comprend dans le présent texte par percolation sur une résine cationique ou anionique, la percolation sur au moins une colonne comprenant une résine cationique ou anionique, de préférence le traitement, en particulier la circulation, du produit à traiter sur un lit de particules (en particulier des billes) comprenant une résine cationique ou anionique.
- [0075] Dans un mode de réalisation préféré, l'étape (iv) de traitement sur des résines échangeuses d'ions du perméat d'ultrafiltration au moins partiellement déminéralisé comprend au moins une passe comprenant une percolation sur une résine cationique forte suivie d'une percolation sur une résine anionique faible.
- [0076] En particulier, la résine anionique faible ou forte permet de faire remonter le pH du perméat d'ultrafiltration lorsque ce dernier est acide avant son passage sur ladite résine anionique faible ou forte.
- [0077] De préférence, ladite résine cationique forte comprend des groupes sulfonates SO_3^- .
- [0078] Ladite résine cationique forte sous forme H^+ , permet de fixer les cations liés à des anions forts ou faibles.
- [0079] Une résine cationique faible sous forme H^+ ne peut fixer que les cations liés à des acides faibles.
- [0080] De préférence, la résine cationique, en particulier forte, a une capacité d'échange supérieure ou égale à 1,8 eq/litre.

- [0081] Le lit de résine cationique, en particulier forte, comprend de préférence des billes dont la taille est supérieure ou égale à 0,45 mm, en particulier de résine cationique forte styrénique.
- [0082] Le lit de résine anionique, en particulier faible, comprend de préférence des billes dont la taille est supérieure ou égale à 0,40 mm, en particulier de résine anionique faible styrénique.
- [0083] De préférence, la résine anionique, en particulier faible, a une capacité d'échange supérieure ou égale à 1,6 eq/litre.
- [0084] De préférence, la teneur massique en eau d'au moins une colonne de résine anionique, notamment faible, ou d'au moins une colonne de résine cationique, notamment forte, est inférieure ou égale à 65%, en particulier inférieure ou égale à 60%.
- [0085] De préférence, la résine cationique forte lors de la première passe, et éventuellement lors de la deuxième passe et/ou de la ou des passe(s) ultérieure(s), est une résine cationique forte à haute porosité.
- [0086] De préférence, ladite résine anionique faible comprend des groupes aminés tertiaires, en particulier permettant de fixer des anions en solution à pH acide. Par opposition, une résine anionique forte permet de fixer des anions en solution quel que soit le pH de ladite solution.
- [0087] De préférence, la résine anionique faible lors de la première passe, et éventuellement lors de la deuxième passe et/ou de la ou des passe(s) ultérieure(s), est une résine anionique faible à haute porosité.
- [0088] **Composition liquide riche en lactose obtenue selon le procédé de l'invention**
- [0089] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse totale en sucre(s) sur la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue est supérieur ou égal à 90%, de préférence supérieur ou égal à 95%, encore de préférence supérieur ou égal à 98%, en particulier supérieur ou égal à 99%.
- [0090] Dans un mode de réalisation, ledit sucre est le lactose.
- [0091] On comprend par sucre(s) dans le présent texte, les monosaccharides du lait et les polysaccharides du lait, en particulier le lactose, et le galactose.
- [0092] Les polysaccharides comprennent dans le présent texte les disaccharides et les oligosaccharides.
- [0093] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche en matière azotée totale sur la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue est inférieur ou égal à 5%, de préférence inférieur ou égal à 3%, encore de préférence inférieur ou égal à 1%, en particulier inférieur ou égal à 0,5%.
- [0094] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche en glycomacropeptide(s) sur la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue est

inférieur ou égal à 2%, de préférence inférieur ou égal à 0,5%, encore de préférence inférieur ou égal à 0,1%, notamment non détectable ou à l'état de traces non significatives.

[0095] Dans un mode de réalisation, la composition liquide riche en lactose obtenue a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 90%, de préférence supérieur ou égal à 95%, en particulier supérieur ou égal à 96%, ou 97%, ou 98%, ou 99%.

[0096] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue sur la masse totale de la dite composition liquide riche en lactose est supérieur à 0%, de préférence supérieur ou égal à 5%, encore de préférence supérieur ou égal à 10%.

[0097] Dans un mode de réalisation, le rapport de la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue sur la masse totale de la dite composition liquide riche en lactose est inférieur ou égal à 30%, de préférence inférieur ou égal à 25%, encore de préférence inférieur ou égal à 20%.

[0098] La composition liquide riche en lactose comprend de préférence de l'eau, en particulier dont la fraction massique par rapport à sa masse totale est comprise entre 70% et 95%.

Définitions – Méthodes de mesure

[0099] Le taux massique en cendres (ou fraction massique sèche en cendres), en particulier de la composition protéique laitière à l'étape (i), éventuellement après une étape de déminéralisation (iii), du rétentat d'UF (ii), ou du perméat d'UF (ii), éventuellement après une étape de déminéralisation (iii), ou de la composition liquide riche en lactose obtenue, peut être déterminé avec la méthode normalisée NF V04-208 Octobre 1989, intitulée « Lait- Détermination des cendres- Méthode de référence », en particulier mettant en œuvre une méthode d'incinération à 525°C.

[0100] On comprend dans le présent texte par extrait sec en masse ou masse sèche totale, la masse sèche par exemple de la composition protéique laitière, du rétentat d'UF (ii), ou du perméat d'UF, ou la masse sèche de la composition liquide riche en lactose, obtenue après évaporation de l'eau jusqu'à obtention d'une masse sèche totale stable rapportée sur la masse totale de la composition protéique laitière, du rétentat d'UF (ii), ou du perméat d'UF ou de la composition liquide riche en lactose, notamment à la pression atmosphérique. L'extrait sec en masse peut être déterminé avec la méthode normalisée ISO 6731: janvier 2011, « Lait, crème, et lait concentré non sucré – Détermination de la matière sèche (Méthode de référence) ».

[0101] On comprend par lactose dans le présent texte, le lactose tel que défini dans le Codex Alimentarius, Codex Stan 212-1999 : un constituant naturel du lait normalement obtenu à partir du lactosérum, en particulier avec une teneur en lactose anhydre supérieur ou égal à 99% masse/masse sur une base sèche.

- [0102] La détermination de la teneur massique en lactose ou en sucre (ou fraction massique sèche) peut être effectuée par chromatographie liquide haute performance, en particulier à l'aide de la norme NF ISO 22662, datant de novembre 2007.
- [0103] Les méthodes qui peuvent être utilisées pour quantifier les cations et les anions du lait (calcium, magnésium, sodium, potassium, phosphore/phosphate, citrate) peuvent être choisies parmi les méthodes suivantes : spectrométrie d'absorption moléculaire, méthode titrimétrique/ complexométrique, méthode électrochimique, spectrométrie atomique, électrophorèse capillaire, chromatographie ionique/détection conductimétrique, résonance magnétique nucléaire pour le ^{31}P , méthode enzymatique/détection UV.
- [0104] La fraction massique sèche en matière azotée totale (MAT) peut être déterminée à l'aide de la norme NF EN ISO 8968-1 datant de mai 2014 (méthode Kjeldhal).
- [0105] Les normes suivantes peuvent être utilisées pour déterminer la teneur massique : par exemple en chlorures : méthode par titrage potentiométrique (NF ISO 21422, février 2019) ; par exemple en phosphore total : méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire (NF ISO 9874, avril 2008) ; par exemple en calcium : méthode titrimétrique (norme ISO 12081 :2010) ; par exemple en calcium, sodium potassium et magnésium : méthode spectrométrique par absorption atomique (norme ISO 8070 :2007) ou chromatographie ionique; par exemple en acide lactique/lactate via la norme ISO 8069 datant de 2005.
- [0106] On désigne dans le présent texte par CPL, la composition protéique laitière selon l'invention.
- [0107] On désigne par UF dans le présent, une ultrafiltration.
- [0108] On comprend dans le présent texte par taux de déminéralisation, le taux d'abattement massique en minéraux (comprenant les cations et les anions) mesuré à partir de la formule : $((\text{fraction massique sèche en cendres ou en minéraux de la CPL non déminéralisée} - \text{le taux massique en cendres ou en minéraux de la CPL cible au moins partiellement déminéralisée}) / \text{taux de cendres de la CPL non déminéralisée}) * 100$.
- [0109] Le taux de déminéralisation peut être également évalué en remplaçant la fraction massique sèche en minéraux ou en cendres par une mesure de la conductivité (mS/cm).
- [0110] Ces modes de calcul s'appliquent également au perméat d'UF, au rétentat d'UF, et à la composition liquide riche en lactose obtenue.
- [0111] Dans le présent texte, une fraction massique sèche dans un ou plusieurs composant(s) donné(s) est calculée par rapport à la masse sèche totale de la composition liquide comprenant le ou lesdits composant(s).
- [0112] Dans une première variante, l'étape iv) comprend au moins deux passes.
- [0113] Cette disposition est optimale pour augmenter la fraction massique sèche en lactose, abaisser le taux de cendres et/ou minéraux et ôter la matière azotée restante.

- [0114] Dans une seconde variante, l'étape d'ultrafiltration (ii) comprend l'utilisation d'une ou plusieurs membrane(s) d'ultrafiltration ayant chacune un seuil minimal de coupure supérieur ou égal à environ 1000 Daltons, de préférence supérieur ou égal à environ 3000 Daltons, encore de préférence supérieur ou égal à 4000 Daltons.
- [0115] De préférence, l'étape d'ultrafiltration (ii) comprend l'utilisation d'une ou plusieurs membrane(s) d'ultrafiltration ayant chacune un seuil minimal de coupure inférieur ou égal à environ 10000 Daltons, de préférence inférieur ou égal à environ 8000 Daltons, encore de préférence inférieur ou égal à 7000 Daltons, préférentiellement inférieur ou égal à 6000 Daltons.
- [0116] Les inventeurs ont découvert que l'utilisation de telles membranes en ultrafiltration dans les conditions de la présente invention permet de retenir davantage la matière azotée dans le rétentat et donc de l'ôter du perméat, et évite les fuites de protéines vraies, notamment évite les fuites des Glycomacropeptides (GMP) ce qui augmente la capacité de saturation des résines utilisées en aval à l'étape (iv).
- [0117] Dans une troisième variante de réalisation, la composition protéique laitière en entrée de l'étape d'ultrafiltration (ii) a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 70%, de préférence supérieur ou égal à 75%, encore de préférence supérieur ou égal à 80%, préférentiellement supérieur ou égal à 85% ou 90%.
- [0118] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière (i) est un lactosérum et le procédé comprend au moins une étape de déminéralisation (iii) ayant lieu avant l'étape (ii) d'UF afin de déminéraliser au moins partiellement la composition protéique laitière (i) jusqu'à atteindre le taux de déminéralisation visé.
- [0119] De préférence, dans ce mode de réalisation, le procédé ne comprend pas d'étape de déminéralisation (iii) ayant lieu après l'étape d'UF (ii) et avant l'étape (iv). La déminéralisation en amont de l'ultrafiltration est suffisamment poussée pour que les étapes (ii) d'UF et de percolation sur les résines à l'étape (iv) combinées permettent d'atteindre une fraction massique sèche en lactose entre 90% et 100%, notamment entre 95% et 100%.
- [0120] Dans une quatrième variante de réalisation, le perméat d'ultrafiltration en entrée de l'étape de traitement sur les résines (iv) a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 80%, de préférence supérieur ou égal à 85%, encore de préférence supérieur ou égal à 90%.
- [0121] La déminéralisation doit être suffisante avant le passage sur les résines afin que ces dernières ne se saturent pas trop rapidement et que lesdites résines permettent de parfaire la déminéralisation déjà amorcée et augmentent la fraction massique sèche en lactose.
- [0122] Dans un mode de réalisation, la composition protéique laitière de l'étape (i) est le lait ou un lactosérum, éventuellement non déminéralisé, et le procédé comprend une étape

de déminéralisation (iii) effectuée après l'étape (ii) d'ultrafiltration pour déminéraliser le perméat d'UF jusqu'à atteindre le taux de déminéralisation visé.

- [0123] Dans une cinquième variante de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii), au moins partielle, comprend une étape de substitution des cations (iiia) par des ions hydrogène H^+ .
- [0124] Cette disposition abaisse le pH de la composition protéique laitière ou du perméat d'UF de l'étape (ii), en particulier à un pH compris entre 2 et 4, plus particulièrement à un pH compris entre 2 et 3 (bornes supérieures et inférieures incluses).
- [0125] L'abaissement du pH et la déminéralisation facilitent d'éventuelle(s) étape(s) de nanofiltration et/ou d'électrodialyse en aval en améliorant leur rendement et en stabilisant la composition à traiter.
- [0126] Les cations substitués peuvent être des cations divalents et/ou des cations monovalents.
- [0127] Dans un mode de réalisation, l'étape d'échange des cations (iiia) par des ions hydrogène H^+ , comprend au moins une percolation de la composition protéique laitière de l'étape (i) ou du perméat d'UF de l'étape (ii) sur au moins une colonne comprenant (constituée d') une résine cationique, en particulier faible ou carboxylique.
- [0128] La résine cationique peut être forte ou faible, en particulier il s'agit d'une résine cationique faible.
- [0129] Dans un mode de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii) comprend, notamment en aval de l'étape (iiia), une étape de substitution des anions (iiib) par des ions hydroxyles ou chlorures.
- [0130] Les anions substitués peuvent être des anions divalents et/ou des anions monovalents.
- [0131] Dans un mode de réalisation, l'étape d'échanges d'anions (iiib) par des ions chlorures comprend, notamment en aval de l'étape (iiia) mettant en jeu une résine cationique, notamment faible ou carboxylique, au moins une étape de percolation de la composition protéique laitière de l'étape (i) ou du perméat d'UF de l'étape (ii) sur au moins une colonne comprenant (constituée d') une résine anionique, notamment forte, éventuellement en mélange avec une résine cationique, notamment forte (c'est à dire à lits mélangés).
- [0132] Dans une sixième variante de réalisation, l'étape de substitution des cations (iiia) est une étape d'électrodialyse de substitution, notamment exclusivement, cationique effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) chacune trois compartiments.
- [0133] De préférence, la composition protéique laitière (i) ou le perméat d'UF (ii) circule dans un compartiment, notamment le compartiment central, délimité entre deux membranes cationiques.

- [0134] Dans une septième variante de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii) comprend une étape de substitution, notamment exclusivement, des anions (iiib), par des ions hydroxyles, et ladite étape (iiib) est effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) chacune trois compartiments.
- [0135] Ladite étape (iiib) est effectuée de préférence après l'étape (iiia).
- [0136] De préférence, la composition protéique laitière (i) ou le perméat d'UF (ii) circule dans un compartiment, notamment le compartiment central, délimité entre deux membranes anioniques.
- [0137] Dans un mode de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii) comprend :
- une étape de substitution, notamment exclusivement, des cations (iiia) par des ions hydrogène H^+ , en particulier une étape d'électrodialyse de substitution cationique effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) chacune trois compartiments ; puis
 - optionnellement une étape d'électrodialyse, notamment pour extraire des anions et des cations, effectuée sur un électrodialyseur dont les cellules comprennent (sont constituées de) deux compartiments ; puis
 - une étape de substitution, notamment exclusivement, des anions (iiib), par des ions hydroxyles, ladite étape (iiib) est effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) chacune trois compartiments.
- [0138] Dans une huitième variante de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii), au moins partielle, comprend une étape d'électrodialyse et/ou une étape de nanofiltration, en particulier effectuée après l'étape (iiia) et/ou après l'étape (iiib).
- [0139] Cette étape d'électrodialyse permet avantageusement l'extraction des anions et des cations.
- [0140] De préférence, le choix entre l'étape d'électrodialyse et/ou de nanofiltration est effectué selon l'extrait sec massique de la composition protéique laitière à l'étape (i) ou du perméat d'UF à l'étape (ii).
- [0141] Dans un mode de réalisation, l'étape de déminéralisation comprend une étape de nanofiltration lorsque l'extrait sec massique de la composition protéique laitière ou du perméat d'UF est inférieur ou égal à 15%.
- [0142] Dans un mode de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii) comprend, de préférence uniquement, une étape d'électrodialyse, en particulier effectuée sur un électrodialyseur dont les cellules comprennent (sont constituées de) deux compartiments, encore de préférence effectuée après l'étape d'ultrafiltration (ii).
- [0143] Dans un mode de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii) comprend une étape d'électrodialyse, en particulier effectuée sur un électrodialyseur dont les cellules comprennent (sont constituées de) deux compartiments, après l'étape de

substitution des cations (iiia) par des ions hydrogène H^+ , de préférence l'étape de substitution, notamment exclusivement, des cations (iiia) est une étape d'électrodialyse de substitution cationique effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) chacune trois compartiments. De préférence, la composition protéique laitière (i) ou le perméat d'UF (ii) circule dans un compartiment, notamment le compartiment central, délimité entre deux membranes cationiques.

[0144] Dans un mode de réalisation, l'étape de déminéralisation (iii) comprend une étape d'électrodialyse, en particulier effectuée sur un électrodialyseur dont les cellules comprennent (sont constituées de) deux compartiments, après l'étape de substitution des cations (iiia) par des ions hydrogène H^+ , et après l'étape de substitution, notamment exclusivement, des anions (iiib). De préférence, les étapes iiia) et iiib) sont des étapes de percolation sur des résines échangeuses d'ions, telles que décrites ci-avant.

[0145] Ladite étape de substitution, notamment exclusivement, des anions (iiib) peut être effectuée comme décrit ci-avant sur des résines échangeuses d'ions ou sur un électrodialyseur dont les cellules comprennent (sont constituées de) chacune trois compartiments.

[0146] Ladite étape de substitution, notamment exclusivement, des cations (iiia) peut être effectuée comme décrit ci-avant sur des résines échangeuses d'ions ou sur un électrodialyseur dont les cellules comprennent (sont constituées de) chacune trois compartiments.

[0147] De manière générale, lors d'une électrodialyse, les espèces ionisées, minérales ou organiques, dissoutes, telles que des sels, acides ou bases, sont transportées à travers des membranes ioniques sous l'action d'un courant électrique. Une unité d'électrodialyse peut comprendre des membranes cationiques (perméables aux cations) MEC et/ou des membranes anioniques (perméables aux anions) MEA disposées parallèlement et de manière alternée. Sous l'action du champ électrique appliqué à l'aide d'une anode et d'une cathode, les MEC bloquent les anions et laissent passer les cations, tandis que les MEA bloquent les cations et laissent passer des anions. Il se crée alors des compartiments de concentration (concentrats) et des compartiments de dessalement. Ce type d'électrodialyse le plus courant, est une électrodialyse dont l'unité cellulaire de base comprend deux compartiments. L'unité cellulaire correspond, au plus petit motif de répétition, des opérations de concentration et de dessalement (un compartiment correspondant à une concentration ou à un dessalement). Les solutions sont renouvelées dans les compartiments par une circulation parallèle au plan des

membranes. L'application d'un courant est assurée par deux électrodes parallèles au plan des membranes et placées aux extrémités de l'électrodialyseur.

- [0148] Dans une neuvième variante de réalisation, le procédé comprend une étape, ayant lieu après l'étape iv), comprenant au moins une passe comprenant une percolation sur une résine adsorbante.
- [0149] La passe est effectuée sur au moins une colonne de résine adsorbante.
- [0150] Avantageusement, cette disposition permet d'ôter la couleur du perméat d'UF traité, notamment la riboflavine (vitamine B2).
- [0151] La résine adsorbante peut être fonctionnalisée.
- [0152] De préférence, la résine adsorbante est une résine de porosité comprise entre 10 Å à 1000 Å (angström), notamment permettant d'adsorber les petites molécules organiques.
- [0153] Dans une dixième variante de réalisation, le procédé comprend une étape de nanofiltration (v) effectuée après l'étape de traitement sur des résines échangeuses d'ions (iv).
- [0154] L'étape de nanofiltration (v) peut être effectuée après ou avant le traitement sur une résine adsorbante, de préférence après le traitement sur une résine adsorbante.
- [0155] Cette étape de nanofiltration (v) est effectuée pour ôter les saccharides différents du lactose, en particulier les monosaccharides tels que le galactose.
- [0156] Cette étape de nanofiltration (v) peut être mise en œuvre lorsque la fraction massique sèche du galactose par rapport à la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue à l'issue de l'étape (iv) est supérieure ou égale à 1%, en particulier inférieure ou égale à 15%. Cette fraction massique sèche en galactose peut être rencontrée dans le traitement de certains lactosérums acides.
- [0157] De préférence, la ou les membranes de nanofiltration ont un seuil de coupure supérieur ou égal à 150 Daltons et inférieur ou égal 350 Daltons.
- [0158] Avantageusement, la composition liquide riche en lactose obtenue après l'étape v) de nanofiltration comprend une fraction massique sèche en lactose par rapport à sa masse sèche totale supérieure ou égale à 98% ou 99%.
- [0159] Dans une onzième variante de réalisation, le rapport de la masse sèche en sucre(s), notamment en lactose, sur la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue, est supérieur ou égal à environ 90%, de préférence supérieur ou égal à 95%.
- [0160] Ce rapport peut être supérieur ou égal à 96%, 97%, 98% ou encore 99%.
- [0161] Lorsque ce rapport est supérieur ou égal à 99%, la composition liquide riche en lactose peut être utilisée en tant que lactose édible, ou lactose raffiné.
- [0162] Il s'agit de la composition liquide riche en lactose obtenue après l'étape iv) ou l'étape v) de nanofiltration.

- [0163] Dans une douzième variante de réalisation, le procédé comprend une étape de concentration par évaporation (en particulier de l'eau contenue dans la composition liquide riche en lactose) et de séchage effectuée après l'étape de traitement sur les résines échangeuses d'ions iv) pour l'obtention de sucre(s), notamment de lactose, sous forme solide.
- [0164] Cette étape de transformation de la composition liquide riche en lactose en solide peut être effectuée directement après l'étape iv), ou après le traitement sur une résine adsorbante et/ou après l'étape v).
- [0165] Dans un mode de réalisation, la composition liquide riche en lactose est soumise à une étape de concentration par évaporation, puis une étape de séchage et d'atomisation, en particulier sur une tour d'atomisation, pour la fabrication de lactose en poudre.
- [0166] Avantagusement, la composition liquide obtenue étant très riche en lactose, elle permet la fabrication de lactose sans passer par une lactoserie. Cette disposition permet au producteur de lactosérum de valoriser ce dernier sans passer par l'investissement d'une lactoserie qui génère d'importants volumes d'eaux mères de cristallisation très difficilement valorisables.
- [0167] Dans une treizième variante de réalisation, le procédé comprend une étape de déminéralisation iii) effectuée avant l'étape d'ultrafiltration (ii), et le rétentat d'ultrafiltration obtenu à l'issue de l'étape (ii) d'ultrafiltration, au moins partiellement déminéralisé, est stable à une température supérieure ou égale à 100°C.
- [0168] Les protéines du rétentat d'ultrafiltration sont de préférence stables à une température supérieure ou égale à 100°C, supérieure ou égale à 110°C, en particulier supérieure ou égale à 120°C ou 130°C, pendant au moins 1 minute, de préférence pendant au moins 5 minutes, encore de préférence pendant au moins 10 minutes, notamment pendant au moins 20 minutes.
- [0169] De préférence, le rétentat d'ultrafiltration (ii) a un pH ajusté à un pH supérieur ou égal à 6.5, en particulier supérieur ou égal à 7.0.
- [0170] Dans une quatorzième variante de réalisation, le rapport de la masse sèche de la Matière Azotée Totale (MAT) sur la masse sèche totale du rétentat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii) est supérieur ou égal à environ 50%, de préférence supérieur ou égal à 60% ou 70% ou 80% ou 90%.
- [0171] Dans une quinzième variante de réalisation, le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du rétentat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii) est inférieur à environ 6%, en particulier inférieur ou égal à environ 5%.
- [0172] Ce rapport est de préférence inférieur ou égal à 4%, encore de préférence inférieur ou égal à 3%.

- [0173] Dans une quinzième variante, la composition protéique laitière de l'étape (i) est choisie parmi : le lait, notamment le lait écrémé, les lactosérums, et un mélange de ces derniers.
- [0174] Dans une seizième variante, la composition protéique laitière de l'étape (i) est choisie parmi : un lactosérum acide, un lactosérum doux, un lactosérum natif, et un mélange de ces derniers.
- [0175] Les variantes de réalisation 1 à 16, et modes de réalisations précités peuvent être combinés indépendamment les uns avec les autres, à moins qu'il en soit spécifié autrement.
- [0176] La présente invention a pour objet, selon un deuxième aspect, une composition liquide riche en lactose susceptible d'être obtenue par le procédé en référence au premier aspect de l'invention selon l'une quelconque des variantes de réalisation une à seize.
- [0177] Dans une variante, le rapport de la masse sèche en sucre(s), notamment en lactose, sur la masse sèche totale de ladite composition liquide riche en lactose, est supérieur ou égal à 90%, de préférence supérieur ou égal à 95%, encore de préférence supérieur ou égal à 96% ou 97% ou 98% ou 99%.
- [0178] La présente invention a pour objet, selon un troisième aspect, une installation pour la mise en œuvre d'un procédé de traitement d'une composition protéique laitière pour l'obtention d'une composition liquide riche en lactose, en particulier selon l'une quelconque des variantes de réalisation en référence au premier aspect de l'invention, comprenant, notamment en série :
- a- une unité d'ultrafiltration comprenant une première entrée destinée à recevoir une composition protéique laitière, une première sortie d'un perméat d'ultrafiltration, et seconde sortie d'un rétentat d'ultrafiltration;
 - b- une unité de déminéralisation pour la déminéralisation au moins partielle de la composition protéique laitière en amont de l'unité d'ultrafiltration, et/ou une unité de déminéralisation pour la déminéralisation au moins partielle du perméat d'ultrafiltration en aval de l'unité d'ultrafiltration;
 - c- une unité de traitement comprenant des résines échangeuses d'ions, en aval de l'unité d'ultrafiltration pour la déminéralisation du perméat d'ultrafiltration préalablement au moins partiellement déminéralisé, ladite unité comprenant :
 - au moins une colonne A comprenant une résine cationique et comprenant une première entrée destinée à recevoir ledit perméat d'ultrafiltration préalablement au moins partiellement déminéralisé, et une première sortie pour le perméat d'ultrafiltration P1 au moins partiellement déminéralisé,

- au moins une colonne B comprenant une résine anionique et comprenant une première entrée destinée à recevoir ledit perméat d'ultrafiltration P1, et une première sortie pour le perméat d'ultrafiltration au moins partiellement déminéralisé P2.
- [0179] Dans un mode de réalisation, l'unité d'ultrafiltration comprend une sous-unité de concentration pour l'augmentation de la fraction massique sèche de la composition protéique laitière (telle que définie dans le présent texte) et une sous-unité de diafiltration en aval de la sous-unité de concentration.
- [0180] Dans un mode de réalisation, l'unité d'ultrafiltration, en particulier l'unité de diafiltration, comprend une ou plusieurs membrane(s) d'ultrafiltration ayant chacune un seuil minimal de coupure supérieur ou égal à environ 1000 Daltons, de préférence supérieur ou égal à environ 3000 Daltons, encore de préférence supérieur ou égal à 4000 Daltons.
- [0181] De préférence, l'unité d'ultrafiltration, en particulier l'unité de diafiltration, comprend une ou plusieurs membrane(s) d'ultrafiltration ayant chacune un seuil minimal de coupure inférieur ou égal à environ 10000 Daltons, de préférence inférieur ou égal à environ 8000 Daltons, encore de préférence inférieur ou égal à 7000 Daltons, préférentiellement inférieur ou égal à 6000 Daltons.
- [0182] L'unité d'ultrafiltration permet la réalisation de l'étape (ii).
- [0183] Dans un mode de réalisation, l'unité de traitement comprenant des résines échangeuses d'ions comprenant au moins un chainage comprenant, en particulier en série, au moins une colonne comprenant (constituée de) une résine cationique (forte ou faible), de préférence forte, suivie d'au moins une colonne comprenant (constituée de) une résine anionique (forte ou faible), de préférence faible.
- [0184] L'unité de traitement comprend des résines échangeuses d'ions permettant la réalisation de l'étape (iv).
- [0185] Dans un mode de réalisation, l'unité de déminéralisation comprend (est constituée d'un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) deux compartiments.
- [0186] Dans un mode de réalisation, l'unité de déminéralisation comprend, en particulier en série:
 - un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) trois compartiments, de préférence chaque cellule comprend un compartiment central dans lequel circule le produit à traiter (composition protéique laitière/perméat d'ultrafiltration), ledit compartiment central est délimité entre des membranes échangeuses de cations (mono et/ou divalents), en particulier il s'agit d'une substitution, notamment exclusivement, cationique telle que décrit ci-avant ;
 - optionnellement un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) deux compartiments, et

- un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) trois compartiments, de préférence chaque cellule comprend un compartiment central dans lequel circule le produit à traiter (composition protéique laitière/perméat d'ultrafiltration), ledit compartiment central est délimité entre des membranes échangeuses d'anions (mono et/ou divalents), en particulier il s'agit d'une substitution, notamment exclusivement, anionique telle que décrit ci-avant.

[0187] Dans un mode de réalisation, l'unité de déminéralisation comprend, en particulier en série:

- au moins une colonne comprenant une résine cationique, notamment faible ou carboxylique, et
- au moins une colonne comprenant une résine anionique, notamment forte, éventuellement en mélange avec une résine cationique, notamment forte (c'est à dire à lits mélangés) ; et
- optionnellement une unité de nanofiltration ou un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant (constituées de) deux compartiments.

[0188] L'unité de déminéralisation permet la réalisation de l'étape (iii).

[0189] Dans un mode de réalisation, l'installation comprend une unité de traitement comprenant une résine adsorbante, en particulier en aval de l'unité de traitement comprenant des résines échangeuses d'ions c).

[0190] Dans un mode de réalisation, l'installation comprend une unité de nanofiltration, en particulier en aval de l'unité de traitement comprenant des résines échangeuses d'ions c), en particulier également en aval ou amont de l'unité de traitement comprenant une résine adsorbante.

[0191] Les variantes de réalisation, modes de réalisation, et définitions selon un premier aspect peuvent être combinées, indépendamment les unes des autres, et éventuellement avec les variantes et modes de réalisation selon le second ou troisième aspect de l'invention.

[0192] La présente invention permet avantageusement l'obtention d'une composition liquide riche en lactose qui peut être prête à l'emploi directement ou par l'intermédiaire d'une étape de transformation sous forme solide simple ne nécessitant pas son traitement par cristallisation.

Brève description des dessins

[0193] L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit d'un mode de réalisation de l'invention donné à titre d'exemple non limitatif, en référence aux dessins annexés, sur lesquels :

[0194] [Fig.1] la [Fig.1] illustre le procédé de traitement d'une composition protéique laitière selon l'invention;

- [0195] [Fig.2] la [Fig.2] illustre le traitement du perméat d'ultrafiltration de la [Fig.1] sur des résines échangeuses d'ions, étape (iv).
- [0196] **Description des modes de réalisation à titre non limitatif**
- [0197] Sur la [Fig.1], la composition protéique laitière 10, est alimenté à une unité d'ultrafiltration 20, en particulier comprenant une sous-unité de concentration et une sous-unité de diafiltration, pour former un rétentat d'UF 30 riche en protéines sériques et un perméat d'UF 40 riche en lactose. Les membranes d'UF ont dans cet exemple précis un taux de coupure compris entre 1000 Daltons et 10000 Daltons, de préférence entre 4000 et 6000 Daltons.
- [0198] La composition protéique laitière (CPL) 10 peut être déminéralisée au moins partiellement lors d'une étape de déminéralisation (iii) avant l'étape d'ultrafiltration (ii).
- [0199] Le perméat d'UF 40 obtenu à l'étape (ii) peut être déminéralisé, alternativement à l'étape de déminéralisation ayant lieu avant l'étape d'UF (ii), ou de manière supplémentaire à cette dernière lors d'une étape de déminéralisation (iii) ayant lieu après l'étape d'UF (ii) et avant l'étape (iv) sur les résines échangeuses d'ions afin d'atteindre un taux de déminéralisation satisfaisant permettant la récupération d'une composition liquide riche en lactose après l'étape iv), en particulier dont la fraction massique sèche en sucre(s), notamment en lactose, par rapport à sa masse sèche totale est supérieure ou égale à 90%.
- [0200] Le procédé selon l'invention peut également comprend une étape d'osmose inverse afin d'augmenter la fraction massique sèche du perméat d'UF (ii), de préférence effectuée avant une étape de déminéralisation (iii).
- [0201] Le perméat d'UF 40 est percolé tel qu'illustré sur la [Fig.2] sur des colonnes comprenant des résines échangeuses d'ions, en particulier en deux passes 80 et 90. Lors de la première passe 80, le perméat d'UF 40 partiellement déminéralisé est percolé sur une colonne comprenant une résine cationique 50, de préférence forte, puis est percolé sur une colonne comprenant une résine anionique 60, de préférence faible. Lors de la deuxième passe, le perméat d'UF 40 partiellement déminéralisé en sortie de la première passe 80, est à nouveau percolé sur une colonne comprenant une résine cationique 55, de préférence forte, puis sur une colonne comprenant une résine anionique 65, de préférence faible. Le perméat d'UF 40 en sortie des deux passes 80 et 90 peut également subir une percolation sur une colonne comprenant une résine adsorbante 70 afin de supprimer la coloration du perméat d'UF 40, en particulier ôter la riboflavine responsable de la coloration. Cette étape ne modifie pas significativement la fraction massique en lactose.

- [0202] La résine adsorbante peut être par exemple une résine adsorbante à matrice styrène divinyl benzène avec des groupes sulfoniques, hautement poreuse, dont la taille des pores est supérieur ou égal à 350 Å, et ayant une capacité d'échange de l'ordre de 1.
- [0203] On récupère une composition liquide riche en lactose à l'issue de l'étape iv) et dans cet exemple précis après le traitement sur une résine adsorbante. Cette composition liquide riche en lactose, et de manière général en sucre(s), comprend une fraction massique en lactose par rapport à sa masse sèche total très importante. Cette composition peut comprendre dans certains cas encore du galactose selon la composition protéique laitière de départ. La composition liquide riche en lactose subit alors une étape v) de nanofiltration afin d'ôter ou diminuer la fraction massique en galactose, et ainsi augmentant la fraction massique en lactose. Cette étape de nanofiltration v) peut avoir lieu après le traitement sur la résine adsorbante.
- [0204] Les résines cationiques fortes 50 et 55 peuvent être par exemple des résines cationiques fortes, styréniques, poreuses, dont la taille des billes est de 0,45 mm mini, dont la teneur en eau est inférieure ou égale à 58% et la capacité d'échange de 1,8 eq/L. Il peut s'agir d'une résine fournie par les sociétés Mitsubishi, Dao, ou Purolite.
- [0205] Les résines anioniques faibles 60 et 65 peuvent être par exemple des résines anioniques faibles, styréniques, poreuses, dont la taille des billes est de 0,40 mm au minimum, dont la teneur en eau est inférieure ou égale à 58% et la capacité d'échange 1,6 eq/L mini.
- [0206] La composition protéique laitière peut être un lactosérum doux, un lactosérum acide, ou un lactosérum natif.
- [0207] La composition protéique laitière peut être du lait, en particulier du lait écrémé. Dans ce cas, le rétentat d'ultrafiltration 40 à l'étape (ii) est riche en protéines sériques et en caséines.
- [0208] **Exemple 1 selon l'invention de traitement d'un lactosérum acide - avec une déminéralisation partielle (iii) avant l'étape d'UF (ii)**
- [0209] a- Le lactosérum acide de l'étape i) a subi une étape de déminéralisation (iii) avant l'étape d'ultrafiltration (ii). Le lactosérum acide partiellement déminéralisé en entrée de l'étape d'ultrafiltration (ii) a un pH de 6 environ ; une conductivité inférieure ou égale à 5 mS/cm, un taux de déminéralisation de 74%, un extrait sec massique de 18% environ, une fraction massique sèche en MAT de 13% environ, une fraction massique en cendres de 2% environ, une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 86%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 1,5%, une fraction massique en anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,5%.
- [0210] Ce lactosérum acide partiellement déminéralisé subit une étape d'UF ii), puis le perméat d'UF obtenu est percolé sur des résines échangeuses d'ions à l'étape iv). La

pression d'alimentation du lactosérum lors de l'UF à l'étape ii) est de l'ordre de 4 bars. La température du lactosérum partiellement déminéralisé en entrée de l'étape (ii) d'UF est de l'ordre de 10°C, cette température est maintenue lors de l'étape d'UF ii) et lors de l'étape iv) sur les résines échangeuses d'ions. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du lactosérum acide partiellement déminéralisé en entrée de l'étape (ii) d'UF.

[0211] b- Le perméat d'UF du lactosérum acide partiellement déminéralisé obtenu en sortie de l'étape (ii) d'UF, a un pH de 6 environ ; un extrait sec massique de 13% environ, une conductivité inférieure ou égale à 2 mS/cm, une fraction massique sèche en MAT de 4% environ, une fraction massique en cendres inférieure à 2%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,9%, une fraction massique en anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,2%, une fraction massique en lactose de l'ordre de 93%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du perméat d'UF du lactosérum en sortie de l'étape (ii) d'UF.

[0212] c- Le rétentat d'UF du lactosérum acide partiellement déminéralisé obtenu en sortie de l'étape (ii) d'UF a un pH compris entre 5,5 et 5,9 ; un extrait sec massique de 15% environ, une fraction massique sèche en MAT de 50% environ, une fraction massique en cendres inférieure à 2,8% environ, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 1,5%, une fraction massique en anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,3%, une fraction massique en lactose de l'ordre de 50%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du rétentat d'UF du lactosérum en sortie de l'étape (ii) d'UF.

[0213] d- Après une double passe sur les résines échangeuses d'ions du perméat d'UF lors de l'étape (iv), telle que la double passe 80/90, la composition liquide riche en lactose qui est récupérée après l'étape iv), et éventuellement le passage sur au moins une colonne de résine adsorbante, a un pH de l'ordre de 6.8, un extrait sec massique de 10% environ, une conductivité inférieure ou égale à 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$, une fraction massique sèche en MAT inférieure à 0,3% environ, une fraction massique en cendres inférieure ou égale à 0,1%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,001%, et une fraction massique en anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,001%, et une fraction massique en lactose de l'ordre de 99,5%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue.

[0214] **Exemple 2 selon l'invention de traitement d'un lactosérum doux _ avec une déminéralisation partielle (iii) avant l'étape d'UF (ii)**

- [0215] a- Le lactosérum doux de l'étape i) a subi une étape de déminéralisation (iii) avant l'étape d'ultrafiltration (ii). Le lactosérum doux partiellement déminéralisé en entrée de l'étape d'ultrafiltration (ii) et utilisé ci-après a un pH de 6.8 ; un taux de déminéralisation de 90%, un extrait sec massique de 20% environ, une fraction massique sèche en MAT de 13% environ, une fraction massique en matière azotée non protéique inférieure à 2%, une fraction massique en cendres de 1% environ, une fraction massique en lactose de 80%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du lactosérum doux partiellement déminéralisé en entrée de l'étape (ii) d'UF.
- [0216] Ce lactosérum doux partiellement déminéralisé subit une étape d'UF ii), puis le perméat d'UF obtenu est percolé sur des résines échangeuses d'ions à l'étape iv). La pression d'alimentation du lactosérum lors de l'UF à l'étape ii) est de l'ordre de 4 bars. La température du lactosérum partiellement déminéralisé en entrée de l'étape (ii) d'UF est de l'ordre de 10°C, cette température est maintenue lors de l'étape d'UF ii) et lors de l'étape iv) sur les résines échangeuses d'ions.
- [0217] b- Le perméat d'UF du lactosérum doux partiellement déminéralisé obtenu en sortie de l'étape (ii) d'UF, a un pH de 6,5 ; un extrait sec massique de 13% environ, une conductivité de l'ordre de 600 $\mu\text{S}/\text{cm}$, une fraction massique sèche en MAT de 1% environ, une fraction massique en matière azotée non protéique inférieure à 1%, une fraction massique en cendres inférieure ou égale à 0,6%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,3%, une fraction massique en anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,1%, une fraction massique en lactose de 91%. Le taux de déminéralisation du perméat d'UF est de l'ordre de 99%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du perméat d'UF du lactosérum en sortie de l'étape (ii) d'UF.
- [0218] c- Le rétentat d'UF du lactosérum doux partiellement déminéralisé obtenu en sortie de l'étape (ii) d'UF a un pH inférieur ou égal à 7 ; un extrait sec massique de 20% environ, une fraction massique sèche de la MAT de 50% environ, une fraction massique en matière azotée non protéique inférieure ou égale à 5%, une fraction massique en cendres inférieure ou égale à 0,5% environ. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du rétentat d'UF du lactosérum en sortie de l'étape (ii) d'UF.
- [0219] d- Après une double passe sur les résines échangeuses d'ions du perméat d'UF, telle que la double passe 80,90, la composition liquide riche en lactose obtenue après l'étape iv), et éventuellement le passage sur au moins une colonne de résine adsorbante, a un pH entre 5 et 6, un extrait sec massique de 13% environ, une conductivité inférieure ou égale à

5 $\mu\text{S/cm}$, une fraction massique sèche en MAT inférieure ou égale à 0,4% environ, une fraction massique en matière azotée non protéique inférieure ou égale à 0,1%, une fraction massique en cendres inférieure ou égale à 0,1%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,012%, et une fraction massique en anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,015%, et une fraction massique en lactose de l'ordre de 99,8%. Après une simple passe sur les résines 80, la fraction massique en lactose est de l'ordre de 99%, ce qui inférieure à la valeur de 99,8% obtenue avec une double passe. Le taux d'extraction des Glycomacropeptides et de la riboflavine est proche de 100%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue.

[0220] **Exemple 3 selon l'invention de traitement d'un lactosérum natif avec une déminéralisation (iii) après l'étape d'UF (ii)**

[0221] a- Un lactosérum natif (étape i) subit une étape d'ultrafiltration (ii) puis d'osmose inverse pour le préconcentrer. Le perméat d'ultrafiltration du lactosérum natif préconcentré a un pH de 6.0 ; une conductivité inférieure ou égale à 10,5 mS/cm, un extrait sec massique de 15% environ, une fraction massique sèche en MAT de 3% environ, une fraction massique en cendres de 9% environ, une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 84%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) calculée par rapport à la masse sèche totale inférieure ou égale à 3,6%, une fraction massique en anions (Cl^- , P-PO_4 , S-SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 2,3%. Ce perméat d'ultrafiltration (40) subit une étape de déminéralisation (iii) par électrodialyse (iii) (dont les cellules comprennent deux compartiments), puis est percolé sur des résines échangeuses d'ions à l'étape iv). La température du perméat d'ultrafiltration au cours de l'étape d'électrodialyse (iii) est de l'ordre de 30°C, cette température est abaissée à 10°C lors de l'étape iv) sur les résines échangeuses d'ions. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale de perméat d'ultrafiltration en entrée de l'étape (iii) de déminéralisation.

[0222] b- Le perméat d'UF du lactosérum natif partiellement déminéralisé obtenu en sortie de l'étape (iii) d'électrodialyse, a un pH de 5 environ ; un extrait sec massique de 14% environ, une conductivité inférieure ou égale à 0,4 mS/cm, une fraction massique sèche en MAT de 2% environ, une fraction massique en cendres inférieure à 1%, une fraction massique en cations (Na^+ , K , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,13%, une fraction massique en anions (Cl^- , P-PO_4^{3-} , S-SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,27%, une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 97%. Le taux de déminéralisation du perméat d'UF après l'étape (iii) est de l'ordre de 96%.

Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale du perméat d'UF en sortie de l'étape (iii) de déminéralisation.

[0223] c- Après une double passe sur les résines échangeuses d'ions du perméat d'UF lors de l'étape (iv), telle que la double passe 80,90, la composition liquide riche en lactose obtenue après l'étape iv), et éventuellement le passage sur au moins une colonne de résine adsorbante, a un pH de l'ordre de 5, un extrait sec massique de 13% environ, une conductivité inférieure ou égale à 5 $\mu\text{mS/cm}$, une fraction massique sèche en MAT inférieure à 0,8% environ, une fraction massique en cendres inférieure ou égale à 0,1%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,001%, et une fraction massique en anions (Cl^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,001%, et une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 99,5%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue.

[0224] **Exemple 4 selon l'invention de traitement d'un lactosérum natif avec une déminéralisation (iii) après l'étape d'UF (ii)**

[0225] a- Le lactosérum natif (i) subit une étape d'ultrafiltration (ii) et d'osmose inverse pour le préconcentrer. Le perméat d'ultrafiltration du lactosérum natif préconcentré a un pH de 6 environ ; une conductivité inférieure ou égale à 10,5 mS/cm , un extrait sec massique de 17% environ, une fraction massique sèche en MAT de 3% environ, une fraction massique en cendres de 9% environ, une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 84%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) calculée par rapport à la masse sèche totale inférieure ou égale à 3,6%, une fraction massique en anions (Cl^- , P-PO_4^{3-} , S-SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 2,3%. Ce perméat d'ultrafiltration (40) subit une étape de déminéralisation par électrodialyse (iii) en voie acide, puis est percolé sur des résines échangeuses d'ions à l'étape iv). L'étape de déminéralisation (iii) comprend un enchaînement de trois électrodialyses : une électrodialyse de substitution des cations par des ions hydrogène H^+ (iiia) (ESC) en trois compartiments, suivie d'une électrodialyse deux compartiments de déminéralisation, et suivie d'une électrodialyse de substitution des anions par des ions hydroxyles (iiib) (ESA) en trois compartiments. La température du perméat d'ultrafiltration au cours de l'étape d'électrodialyse (iii) est de l'ordre de 30°C, cette température est abaissée à 10°C lors de l'étape iv) sur les résines échangeuses d'ions. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale de perméat d'ultrafiltration en entrée de l'étape (iii) de déminéralisation.

[0226] b- Le perméat d'UF du lactosérum subit une première électrodialyse ESC (iiia) qui permet de substituer les cations par des protons et ainsi de travailler en voie acide. Le lactosérum en sortie de l'ESC (iiia), a un pH de 1,5 environ ; un extrait sec massique

de 16% environ, une conductivité de 12 mS/cm environ, une fraction massique sèche en MAT de 2% environ, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,8%, une fraction massique en anions (Cl^- , P-PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou

[0227] égale à 1,9%, une fraction massique en lactose de l'ordre de 95%. Le lactosérum acidifié subit ensuite une déminéralisation d'environ 90 % par électrodialyse conventionnelle ED à deux compartiments. Le lactosérum en sortie d'ED a un pH de 2,6 environ ; un extrait sec massique de 16% environ, une conductivité de 1 mS/cm environ, une fraction massique sèche en MAT de 2% environ, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,13%, une fraction massique en anions (Cl^- , P-PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,19%, une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 97%. Le lactosérum partiellement déminéralisé subit ensuite une déminéralisation d'environ 96 % par une électrodialyse de substitution anionique ESA (iiib). Le lactosérum en sortie d'ESA (iiib) a un pH de 8 environ ; un extrait sec massique de 16% environ, une conductivité de 0,4 mS/cm environ, une fraction massique sèche en MAT de 2% environ, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,13%, une fraction massique en anions (Cl^- , P-PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,15%, une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 98%.

[0228] c- Après une double passe sur les résines échangeuses d'ions du perméat d'UF lors de l'étape (iv), telle que la double passe 80,90, la composition liquide riche en lactose obtenue après l'étape iv), et éventuellement le passage sur au moins de résine adsorbante, a un pH de l'ordre de 5, un extrait sec massique de 13% environ, une conductivité inférieure ou égale à 5 $\mu\text{mS/cm}$, une fraction massique sèche en MAT inférieure à 0,8% environ, une fraction massique en cendres inférieure ou égale à 0,1%, une fraction massique en cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) inférieure ou égale à 0,001%, et une fraction massique en anions (Cl^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}) inférieure ou égale à 0,001%, et une fraction massique sèche en lactose de l'ordre de 99,5%. Les fractions massiques précédentes sont calculées par rapport à la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue.

[0229] L'étape (iii) de déminéralisation effectuée dans les exemples 1 et 2 peut être toute étape de déminéralisation connue de l'homme du métier permettant de déminéraliser la composition protéique laitière en entrée de l'étape d'UF (ii) et/ou après l'étape (ii) d'UF afin d'abaisser la fraction massique sèche en minéraux du perméat d'UF en entrée de l'étape (iv) comprenant au moins une passe sur des résines échangeuses d'ions. Cette étape de déminéralisation peut être effectuée de manière non limitative

telle que décrite dans le présent texte ou encore tel que décrite dans le brevet EP 1.053.685 B1 ou WO 2020/207894 ou encore tel que décrite dans les exemples 3 et 4.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de traitement d'une composition protéique laitière pour l'obtention d'une composition liquide riche en lactose caractérisé en ce qu'il comprend les étapes:

- (i)- fourniture d'une composition protéique laitière;
 - (ii)- ultrafiltration de ladite composition protéique laitière permettant l'obtention d'un perméat d'ultrafiltration et d'un rétentat d'ultrafiltration;
 - (iii) une étape de déminéralisation au moins partielle ayant lieu avant l'étape (ii) d'ultrafiltration et/ou après l'étape (ii) d'ultrafiltration ;
 - (iv)- une étape de traitement sur des résines échangeuses d'ions dudit perméat d'ultrafiltration au moins partiellement déminéralisé comprenant au moins deux passes, chaque passe comprenant une percolation sur une résine cationique suivie d'une percolation sur une résine anionique, en ce que la percolation sur une résine cationique est une étape de substitution des cations divalents et/ou monovalents par des ions hydrogènes H^+ , et la percolation sur une résine anionique est une étape de substitution des anions divalents et/ou monovalents par des ions hydroxyles,
- et en ce que le perméat d'ultrafiltration de la composition protéique laitière en entrée de l'étape de traitement sur les résines échangeuses d'ions (iv) a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 80%.

[Revendication 2]

Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape (iv) de traitement sur des résines échangeuses d'ions du perméat d'ultrafiltration au moins partiellement déminéralisé comprend au moins deux passes comprenant chacune une percolation sur une résine cationique forte suivie d'une percolation sur une résine anionique faible.

[Revendication 3]

Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape d'ultrafiltration (ii) comprend l'utilisation d'une ou plusieurs membrane(s) d'ultrafiltration ayant chacune un seuil minimal de coupure supérieur ou égal à 1000 Daltons, de préférence inférieur ou égal à 10000 Daltons.

[Revendication 4]

Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la composition protéique laitière en entrée de l'étape d'ultrafiltration (ii) a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 70%.

- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'étape de déminéralisation (iii), au moins partielle, comprend une étape de substitution des cations (iiia) par des ions hydrogène H^+ .
- [Revendication 6] Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'étape de substitution des cations (iiia) est une étape d'électrodialyse de substitution cationique effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant chacune trois compartiments.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 5 et 6, caractérisé en ce que l'étape de déminéralisation (iii) comprend une étape de substitution des anions (iiib) par des ions hydroxyles OH^- , et en ce que ladite étape (iiib) est effectuée sur un électrodialyseur comprenant des cellules comprenant chacune trois compartiments.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'étape de déminéralisation (iii), au moins partielle, comprend une étape d'électrodialyse et/ou une étape de nanofiltration.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il comprend une étape, ayant lieu après l'étape (iv), comprenant au moins une passe comprenant une percolation sur une résine adsorbante.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de nanofiltration (v) effectuée après l'étape de traitement sur des résines échangeuses d'ions (iv).
- [Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le rapport de la masse sèche en sucre(s), notamment en lactose, sur la masse sèche totale de la composition liquide riche en lactose obtenue est supérieur ou égal à environ 90%, de préférence supérieur ou égal à 95%.
- [Revendication 12] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de déminéralisation (iii) effectuée avant l'étape d'ultrafiltration (ii), et en ce que le rétentat d'ultrafiltration obtenu à l'issue de l'étape (ii) d'ultrafiltration, au moins partiellement déminéralisé, est stable à une température supérieure ou égale à $100^{\circ}C$.
- [Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que le rapport de la masse sèche de la Matière Azotée Totale

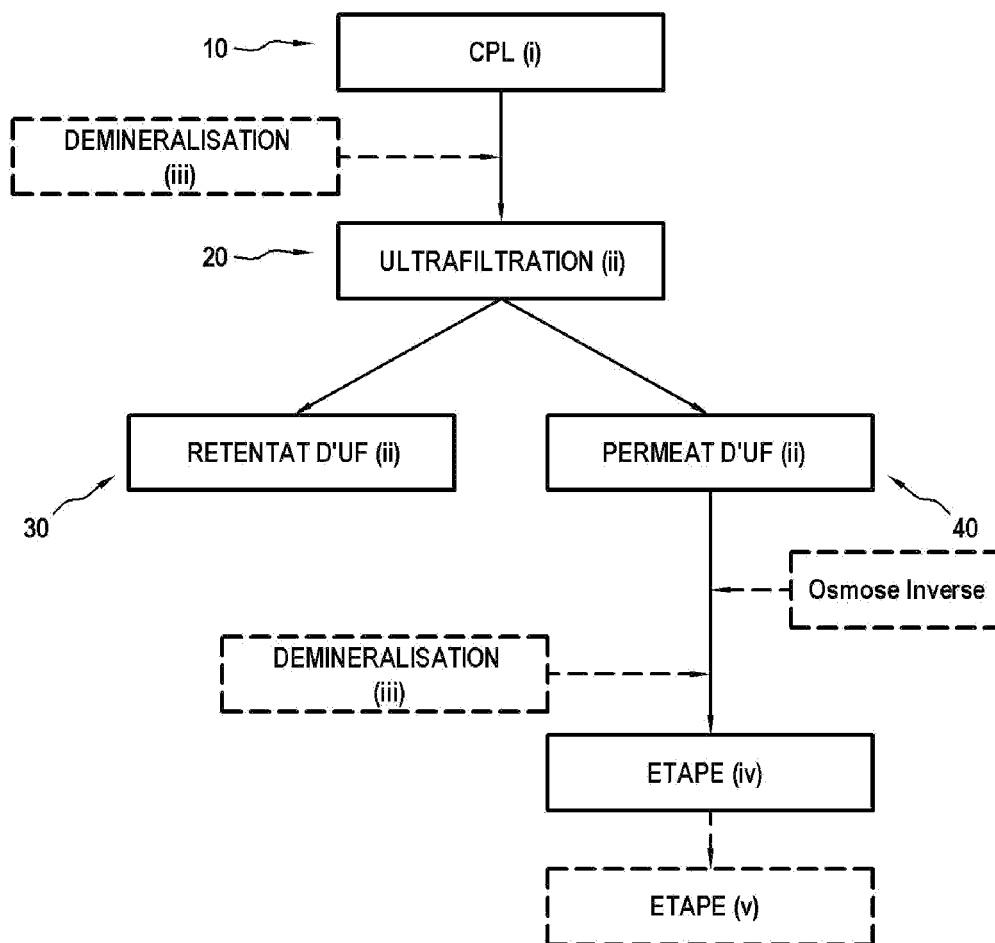
- (MAT) sur la masse sèche totale du rétentat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii) est supérieur ou égal à environ 50%.
- [Revendication 14] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que le rapport de la masse sèche des cendres sur la masse sèche totale du rétentat d'ultrafiltration obtenu à l'étape (ii) est inférieur à 6%.
- [Revendication 15] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que la composition protéique laitière de l'étape (i) est choisie parmi : le lait, notamment le lait écrémé, les lactosérums, et un mélange de ces derniers.
- [Revendication 16] Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la composition protéique laitière est choisie parmi : un lactosérum acide, un lactosérum doux, un lactosérum natif, et un mélange de ces derniers.
- [Revendication 17] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de concentration par évaporation et de séchage effectuée après l'étape de traitement sur les résines échangeuses d'ions iv) pour l'obtention de sucre(s), notamment de lactose, sous forme solide.
- [Revendication 18] Installation pour la mise en œuvre du procédé de traitement d'une composition protéique laitière pour l'obtention d'une composition liquide riche en lactose selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 caractérisé en ce que ladite installation comprend, notamment en série :
- a- une unité d'ultrafiltration comprenant une première entrée destinée à recevoir une composition protéique laitière, une première sortie d'un perméat d'ultrafiltration, et seconde sortie d'un rétentat d'ultrafiltration;
 - b- une unité de déminéralisation pour la déminéralisation au moins partielle de la composition protéique laitière en amont de l'unité d'ultrafiltration, et/ou une unité de déminéralisation pour la déminéralisation au moins partielle du perméat d'ultrafiltration en aval de l'unité d'ultrafiltration;
 - c- une unité de traitement comprenant des résines échangeuses d'ions, en aval de l'unité d'ultrafiltration pour la déminéralisation du perméat d'ultrafiltration préalablement au moins partiellement déminéralisé, ladite unité de traitement comprenant au moins un chainage, ledit chainage comprenant :

- au moins une colonne A comprenant une résine cationique et comprenant une première entrée destinée à recevoir ledit perméat d'ultrafiltration préalablement au moins partiellement déminéralisé, et une première sortie pour le perméat d'ultrafiltration P1 au moins partiellement déminéralisé,
- au moins une colonne B comprenant une résine anionique et comprenant une première entrée destinée à recevoir ledit perméat d'ultrafiltration P1 au moins partiellement déminéralisé, et une première sortie pour le perméat d'ultrafiltration au moins partiellement déminéralisé P2,

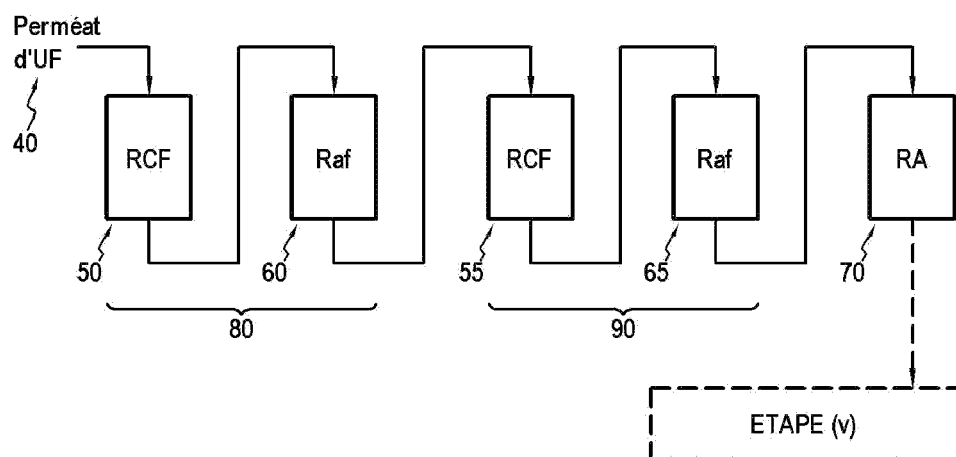
et -en ce que ladite unité de traitement comprend au moins deux chainages, en ce que ladite au moins une colonne A comprenant une résine cationique est une étape de substitution des cations divalents et/ou monovalents par des ions hydrogènes H^+ , en ce que ladite au moins une colonne B comprenant une résine anionique est une étape de substitution des anions divalents et/ou monovalents par des ions hydroxyles,

et en ce que le perméat d'ultrafiltration de la composition protéique laitière en entrée de l'unité de traitement comprenant les résines échangeuses d'ions (iv) a un taux de déminéralisation supérieur ou égal à 80%.

[Fig. 1]



[Fig. 2]



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

☒ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☐ Le demandeur a maintenu les revendications.

☒ Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

CN 111 205 339 A (INNER MONGOLIA YILI IND GROUP) 29 mai 2020 (2020-05-29)

US 8 932 659 B2 (SCOTT STEPHEN NIAL [GB]; KRISHNAPILLAI ASHOK [GB] ET AL.)
13 janvier 2015 (2015-01-13)

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

EP 3 721 715 A1 (EURODIA IND [FR])
14 octobre 2020 (2020-10-14)

DE SOUZA R R ET AL: "Recovery and purification of lactose from whey",
CHEMICAL ENGINEERING AND PROCESSING:
PROCESS INTENSIFICATION, ELSEVIER SEQUOIA,
LAUSANNE, CH,
vol. 49, no. 11,
1 novembre 2010 (2010-11-01), pages
1137-1143, XP027475567,
ISSN: 0255-2701, DOI:
10.1016/J.CEP.2010.08.015
[extrait le 2010-09-28]

MERKEL ARTHUR ET AL: "The impact of integrated nanofiltration and electrodialytic processes on the chemical composition of sweet and acid whey streams",
JOURNAL OF FOOD ENGINEERING, ELSEVIER,
AMSTERDAM, NL,
vol. 298, 20 janvier 2021 (2021-01-20),
XP086486921,
ISSN: 0260-8774, DOI:
10.1016/J.JFOODENG.2021.110500
[extrait le 2021-01-20]

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT