

(11) Número de Publicação: **PT 1549774 E**

(51) Classificação Internacional:

C13K 5/00 (2007.10) **A23C 9/142** (2007.10)
A23C 9/146 (2007.10) **C13D 3/14** (2007.10)

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

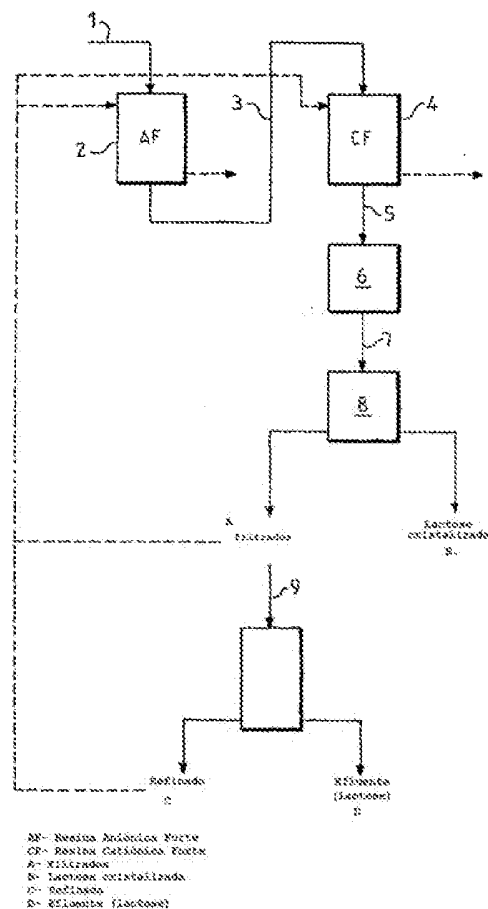
(22) Data de pedido: 2003.08.25	(73) Titular(es): APPLEXION
(30) Prioridade(s): 2002.09.06 FR 0211046	264, AVENUE DE LA MAULDRE F-78680 EPONE FR
(43) Data de publicação do pedido: 2005.07.06	(72) Inventor(es):
(45) Data e BPI da concessão: 2007.12.05 044/2008	MARC-ANDRÉ THEOLEYRE FR
	(74) Mandatário:
	ALBERTO HERMÍNIO MANIQUE CANELAS RUA VÍCTOR CORDON, 14 1249-103 LISBOA PT

(54) Epígrafe: **MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE LACTOSE A PARTIR DE SORO DO LEITE OU DE UM PERMEATO RESULTANTE DA ULTRA-FILTRAÇÃO DE SORO DO LEITE**

(57) Resumo:

RESUMO

**"MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE LACTOSE A PARTIR DE SORO DO
LEITE OU DE UM PERMEATO RESULTANTE DA ULTRA-FILTRAÇÃO DE
SORO DO LEITE"**



A presente invenção relaciona-se com um método de produção de lactose a partir de soro do leite ou de um permeato resultante da ultra-filtração de soro do leite. Ele compreende as operações: (a) de substituição de pelo menos uma parte dos catiões polivalente de soro do leite ou permeato através dos catiões metálicos monovalentes, para

se obter um soro do leite ou um permeato desprovido de catiões polivalentes, (b) de substituição de pelo menos uma parte dos aniões polivalentes minerais e aniões de ácidos orgânicos do soro do leite ou permeato, pelos aniões monovalentes não aptos a formar os complexos com os catiões polivalentes, esta operação (b) é efectuada antes ou simultaneamente da operação (a), e (c) de cristalização do soro do leite ou permeato resultante das operações (a) e (b), para obter lactose cristalizada e filtrados enriquecidos com catiões metálicos monovalentes.

DESCRIÇÃO

"MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE LACTOSE A PARTIR DE SORO DO LEITE OU DE UM PERMEATO RESULTANTE DA ULTRA-FILTRAÇÃO DE SORO DO LEITE"

A presente invenção tem como objectivo um método de produção de soro do leite ou um permeato resultante da ultra-filtração de soro do leite, este soro do leite e permeato contendo cationes monovalentes Na^+ e K^+ , anions monovalentes Cl^- , cationes polivalentes Ca^{2+} e Mg^{2+} e anions polivalentes minerais como anions de fosfato e/ou anions de ácidos orgânicos capazes de formar alguns complexos com os referidos cationes polivalentes, como o lactato e o citrato.

Na colocação de tal um método de produção de lactose, é normalmente considerada uma operação de concentração antes de uma operação de cristalização. Contudo, a presença no soro do leite ou no permeato de ultra-filtração de soro do leite de fosfato de cálcio e/ou de magnésio está na origem de precipitações no evaporadores utilizados para a referida concentração; o que obriga uma limpeza frequente dos evaporadores. Por outro lado, a precipitação de fosfato de cálcio e/ou de magnésio durante a cristalização tem um efeito nefasto nesta última.

Para remediar estas dificuldades, foi proposto na

técnica anterior a limitação das dificuldades registadas anteriormente, ajustando o pH do soro do leite ou do permeato de ultra-filtração de modo a precipitar o fosfato de cálcio e/ou de magnésio de seguida separar o sal precipitado através de centrifugação.

Esta técnica é porém dispendiosa e o rendimento de descalcificação está limitado. A WO 9904903 descreve um método de produção de lactose a partir de soro do leite compreendendo a substituição de catiões polivalentes pelos catiões monovalentes antes de efectuar a cromatografia.

A ideia para a base da presente invenção é colocar em evidência uma operação de cristalização num soro do leite ou permeato de ultra-filtração de soro do leite, tratado pelas resinas permutadoras sobre os iões para empobrecer em catiões polivalentes e possivelmente em aniões polivalentes minerais e/ou em aniões de ácidos orgânicos até mesmo à libertação sensivelmente completamente destes catiões e/ou aniões, enquanto se produz os efluentes cuja natureza permite a regeneração das resinas anteriormente referidas sem suporte externo de produtos químicos.

Assim, a presente invenção tem como objectivo um método de acordo com o primeiro parágrafo desta descrição e que é caracterizado em que ele compreende as operações:

(a) de substituição de pelo menos uma parte dos referidos catiões polivalentes de soro do leite ou permeato através dos catiões metálicos monovalentes tais como Na^+ e

K^+ , para se obter um soro do leite ou um permeato desprovido de catiões polivalentes,

(b) de substituição de pelo menos uma parte dos aniões polivalentes minerais e aniões de ácidos orgânicos do soro do leite ou permeato, pelos aniões monovalentes tais como Cl^- não aptos a formar os complexos com os catiões polivalentes, esta operação (b) é efectuada quer simultaneamente à operação (a) anterior, neste caso em que resulta um soro do leite ou um permeato desprovido em aniões polivalentes minerais, em aniões de ácidos orgânicos e em catiões polivalentes, quer antes da operação (a) neste caso em que resulta um soro do leite ou um permeato desprovido em aniões polivalentes minerais e aniões de ácidos orgânicos, e

(c) de cristalização do referido soro do leite ou permeato resultante das operações anteriores, e desprovido em aniões polivalentes minerais, em aniões de ácidos orgânicos e em catiões polivalentes, para obter lactose cristalizada e os filtrados enriquecidos em catiões metálicos monovalentes, esta cristalização é precedida se necessário, de uma operação de concentração ao grau pretendido do referido soro do leite ou permeato.

A operação (a) anterior liberta um soro do leite ou um permeato fortemente enriquecido em catiões monovalentes metálicos que tem a vantagem de não ter nenhum impacto negativo na possível operação de concentração nem na operação (c) de cristalização posterior.

Quanto à operação (c), produz-se a lactose cristalizada e dos filtrados que contêm a muito grande maioria dos catiões monovalentes metálicos contidos no soro do leite ou permeato que provêm da operação (a).

Foi de facto constatado que uma tal substituição de pelo menos uma parte dos aniões capazes de formar alguns complexos com os catiões Ca^{2+} e Mg^{2+} , pelos aniões monovalentes não aptos para formar os referidos complexos, tais como Cl^- , permitindo um grande melhoramento nos rendimentos de descalcificação.

Compreende-se que por esta substituição se pretende destruir os referidos complexos, o que aumenta a disponibilidade dos catiões polivalentes (Ca^{2+} , Mg^{2+}) que podem de facto ser substituídos mais facilmente pelos catiões monovalentes metálicos.

De preferência, o método de acordo com a invenção compreende entre outras a operação:

(d) de cromatografia de pelo menos uma parte dos filtrados adquiridos na aquando da operação (c) de cristalização, produzindo uma fracção enriquecida em lactose e um refinado enriquecido em catiões metálicos monovalentes e possivelmente em aniões monovalentes.

De acordo com uma forma de realização, a operação (a) de substituição dos catiões polivalentes compreende de preferência o tratamento do soro do leite ou do permeato

com uma resina catiónica cujo contra-íão é um catião monovalente metálico.

Por outro lado, a operação (b) de substituição dos aniões polivalentes minerais e aniões de ácidos orgânicos compreende de preferência o tratamento do soro do leite ou do permeato com uma resina aniónica cujo contra-íão é um anião monovalente não apto a formar os complexos com os catiões polivalentes.

É necessário que as resinas anteriormente mencionadas sejam de preferência resinas aniónicas fortes e catiónicas fortes.

Por outro lado, o catião monovalente constituinte do contra-íão da resina catiónica é de preferência o catião Na^+ e/ou K^+ e o anião monovalente constituinte do contra-íão da resina aniónica é de preferência o anião Cl^- .

De acordo com uma outra característica do método de acordo com a invenção, este pode ainda compreender a operação:

(e) de regeneração da resina catiónica e/ou da resina aniónica anteriormente mencionadas, Esta regeneração é vantajosamente efectuada com o auxílio de uma fracção dos filtrados produzidos aquando da operação (c) de cristalização e/ou com o auxílio de pelo menos uma fracção do refinado produzido aquando da operação (d) de cromatografia.

Podemos dizer que esta regeneração pode ser efectuada em série ou em paralelo sobre a resina aniónica e a resina catiónica.

Podemos dizer ainda que a seguir à composição iónica do soro do leite ou do permeato, um ajuste do pH do líquido de regeneração, designadamente dos referidos filtrados, pode ser necessário para evitar qualquer risco de precipitação de fosfato de cálcio ou de magnésio. Deste modo, este ajuste pode de preferência ser efectuado em meio de ácido fosfórico ou de ácido clorídrico.

A presente invenção é ilustrada seguidamente, de modo não limitativo, pela descrição de um exemplo de preparação de lactose, fazendo referência à figura única que é a representação esquemática de uma instalação para a colocação em evidência de um método de acordo com a invenção.

O material de partida é no exemplo seleccionado, um permeato obtido através de ultra-filtração de um soro do leite. Um tal permeato compreende essencialmente lactose, ácidos orgânicos e minerais (em particular os catiões, Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , os aniões Cl^- e fosfato e os aniões de ácidos orgânicos capazes de formar complexos com os catiões Ca^{2+} e Mg^{2+} , tais como lactatos e citratos).

Este permeato é conduzido através de um canal 1 à

entrada de uma coluna 2 revestida com uma resina aniónica forte (AF), a seguir à saída desta coluna 2 através de um canal 3 à entrada de uma coluna 4 revestida com uma resina catiónica forte (CF).

A resina catiónica forte está sob a forma de Na^+ ou K^+ , isto é que o seu contra-ião é o ião Na^+ ou K^+ ; a resina aniónica forte está sob a forma de Cl^- , isto é que o seu contra-ião é o ião Cl^- .

Notar-se-á como variante, que estas duas resinas podem ser utilizadas como mistura, sendo este o caso uma só coluna seria suficiente.

Assim que o permeato passa pela resina aniónica, ele troca os seus aniões polivalentes minerais (fosfato) e aniões de ácidos orgânicos (lactato, citrato) com os iões de Cl^- da resina; assim que passa pela resina catiónica, ele troca os seus catiões polivalentes (Ca^{2+} , Mg^{2+}) com os iões Na^+ ou K^+ da resina.

O permeato encontra-se deste modo livre de uma parte significativa dos seus catiões e aniões polivalentes minerais e dos seus aniões de ácidos orgânicos, cujos catiões e aniões foram substituídos por catiões e aniões monovalentes; este permeato contém então essencialmente lactose, iões Na^+ , K^+ e Cl^- , catiões Ca^{2+} , Mg^{2+} residuais, aniões fosfato residuais e aniões de ácidos orgânicos residuais.

A solução aquosa inserida na coluna 4 é de seguida conduzida por um canal 5 numa unidade de evaporação 6 que apresenta a função de concentrar este permeato.

O permeato concentrado inserido na unidade 6 é condizido então por um canal 7 numa unidade de cristalização 8 onde se assiste à cristalização de lactose que se separa dos filtrados.

Estes filtrados muito ricos em iões Na^+ , K^+ e Cl^- , podem por seu lado ser utilizados na sua totalidade ou em parte para a regeneração das resinas que revestem respectivamente as colunas 2 e 4; esta regeneração é de preferência efectuada em paralelo sobre estas resinas, neste caso com o auxílio para os filtrados de um equilíbrio de NaCl (ver circuito em linhas pontilhadas na figura anexada).

Finalmente, numa vertente, uma parte ou a totalidade dos referidos filtrados podem ser conduzidos por um canal 9 à cabeça de uma coluna de cromatografia 10 na qual é inserida por um lado, uma solução aquosa enriquecida em lactose residual e por outro lado, um refinado enriquecido em aniões e catiões monovalentes Na^+ , K^+ e Cl^- .

O refinado pode de igual modo ser colocado em evidência para a regeneração das resinas das colunas 2 e 4 enlate (ver circuito em linhas pontilhadas na figura anexada).

De modo a mostrar realmente o interesse do método de acordo com a presente invenção, ele foi aqui comparado com a técnica conhecida de amaciamento por precipitação e centrifugação (decantação centrífuga), na colocação da preparação de lactose a partir de um permeato de soro do leite macio, obtido por ultra-filtração de um soro do leite.

Duas vertentes foram utilizadas para o método de acordo com a invenção, a saber:

- utilização de uma única resina catiónica (IRA 252 da sociedade americana Rohm and Haas) = sistema de CF;
- utilização de uma resina aniónica (IRA 458 da sociedade americana Rohm and Haas) seguida em série de uma resina catiónica (SR1L Na da sociedade Rohm and Haas) = sistema de AF-CF.

Para estas duas vertentes, a regeneração das resinas é realizada por meio dos filtrados da cristalização da lactose respeitando as razões de volume: produção de 1 volume de filtrados para 27% de matéria seca por 16 volumes de permeato de soro do leite para 5,7% de matéria seca.

A composição iónica do permeato é como se segue:

Matéria seca %	Ca²⁺ + Mg²⁺ (meq./L)	Na⁺ + K⁺ (meq./L)	PO₄³⁻ (meq./L)	Cl⁻ (meq./L)
5,7	25	52	38	31

Desempenhos dos sistemas

	CF	AF-CF	Decantação centrífuga
$\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ num permeato a tratar (meq./L)	25	25	25
$\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ no efluente seleccionado (meq./L)	4,2	1,2	6,3
% de eliminação de $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$	83	95	75
Capacidade catiónica (eq./L)	0,60	0,75	

O permeato deste modo amaciado é cristalizado para produzir lactose cristalizada e filtrados que contêm essencialmente impurezas cujos sais são iões monovalentes.

Estes filtrados foram clarificados por decantação e/ou filtração antes da sua utilização como regeneradores de resinas. O seu pH foi ajustado a 5, não foi observada qualquer precipitação nas resinas.

Lisboa, 21 de Fevereiro de 2008

REIVINDICAÇÕES

1. Método de produção de lactose a partir de soro do leite ou de um permeato resultante da ultra-filtração de soro do leite, este soro do leite e permeato contendo os cátions monovalentes Na^+ e K^+ , os aniões monovalentes Cl^- , os cátions polivalentes Ca^{2+} e Mg^{2+} e os aniões polivalentes minerais tais como os aniões fosfato e/ou ou aniões e ácidos orgânicos aptos a formar os complexos com os referidos cátions polivalentes, tais como lactato e citrato, em que compreende as operações: (a) de substituição de pelo menos uma parte dos referidos cátions polivalentes de soro do leite ou permeato através dos cátions metálicos monovalentes, para se obter um soro do leite ou um permeato desprovido de cátions polivalentes, (b) de substituição de pelo menos uma parte dos aniões polivalentes minerais e aniões de ácidos orgânicos do soro do leite ou permeato, pelos aniões monovalentes não aptos a formar os complexos com os cátions polivalentes, esta operação (b) é efectuada quer simultaneamente à operação (a) neste caso em que resulta um soro do leite ou um permeato desprovido em aniões polivalentes minerais, em aniões de ácidos orgânicos e em cátions polivalentes, quer antes da operação (a) neste caso em que resulta um soro do leite ou um permeato desprovido em aniões polivalentes minerais e aniões de ácidos orgânicos e (c) de cristalização do referido soro do leite ou permeato resultante das operações anteriores, e desprovido em aniões

polivalentes minerais, em aniões de ácidos orgânicos e em catiões polivalentes, para obter lactose cristalizada e seus filtrados enriquecidos em catiões metálicos monovalentes, esta cristalização é precedida se necessário, de uma operação de concentração ao grau pretendido do referido soro do leite ou permeato.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, em que ele compreende entre outras uma operação: (d) a cromatografia de pelo menos uma parte dos filtrados obtidos aquando da operação (c) de cristalização, para produzir uma fracção enriquecida em lactose e um refinado enriquecido em catiões metálicos monovalentes e eventualmente em aniões monovalentes.

3. Método de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a operação (a) de substituição dos catiões polivalentes compreende o tratamento do soro do leite ou permeato com uma resina catiónica cujo contra-íão é um catião monovalente metálico.

4. Método de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a operação (b) de substituição dos aniões polivalentes minerais e dos aniões de ácidos orgânicos compreende o tratamento do soro do leite ou permeato com uma resina aniónica cujo contra-íão é um anião monovalente não apto a formar complexos com os catiões polivalentes.

5. Método de acordo com a reivindicação 3, em que o catião metálico monovalente constituinte do contra-íão da resina catiónica é o catião Na^+ ou K^+ .

6. Método de acordo com a reivindicação 4 ou 5, em que o anião monovalente constituinte do contra-íão da resina aniónica é o anião Cl^- .

7. Método de acordo com a reivindicação 3, 4, 5 ou 6, em que ele compreende entre outras a operação: (e) de regeneração da resina catiónica e/ou da resina aniónica.

8. Método de acordo com a reivindicação 7, em que a operação (e) de regeneração é efectuada com o auxílio de uma fracção dos filtrados produzidos aquando da operação (c) de cristalização.

9. Método de acordo com a reivindicação 7 ou 8, em que a operação (e) de regeneração é efectuada com o auxílio de um refinado produzido aquando da operação (d) de cromatografia.

10. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 7 a 9, em que a operação (e) de regeneração é efectuada em série ou em paralelo sobre a resina aniónica e a resina catiónica.

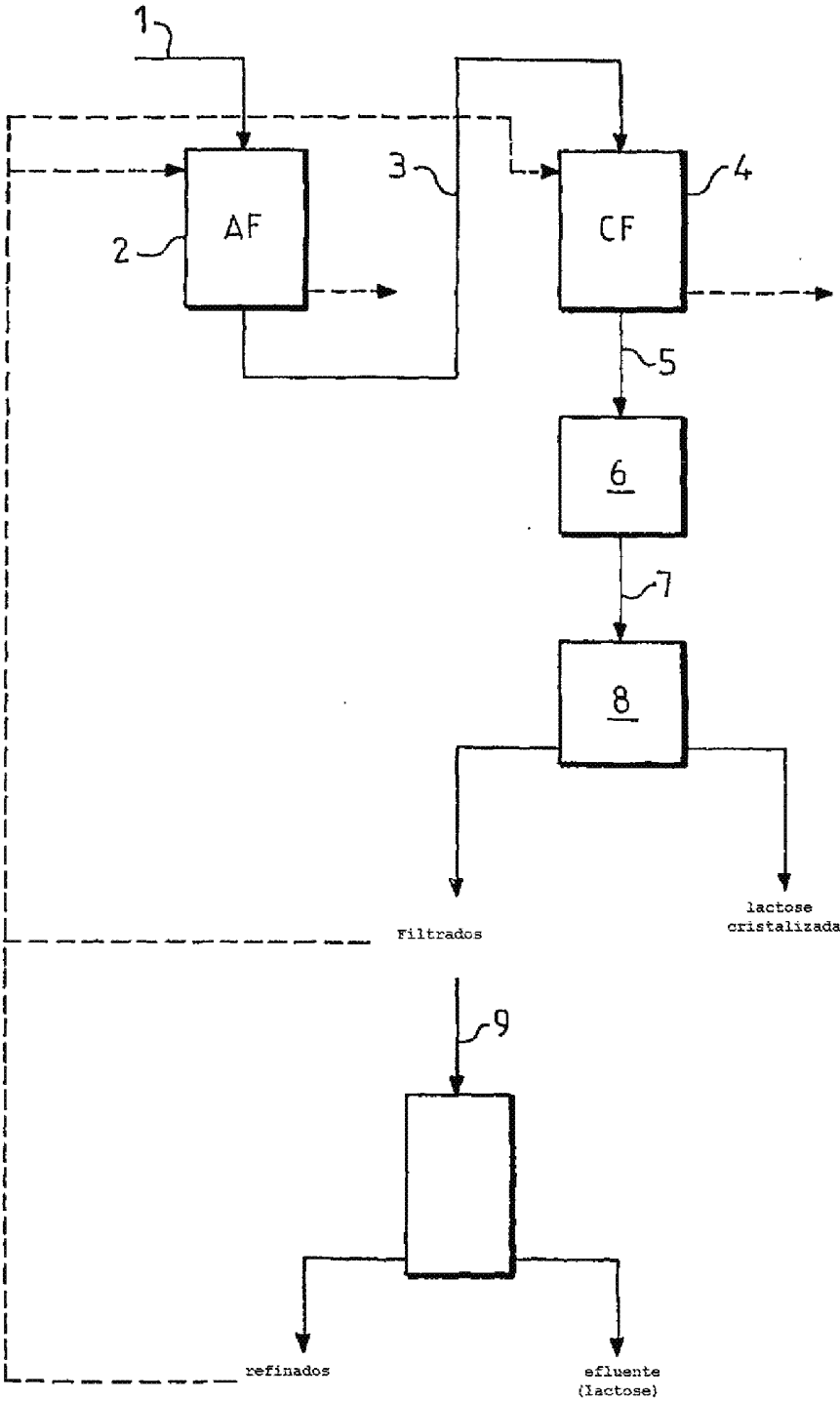


Figura única

REFERÊNCIAS CITADAS NA DESCRIÇÃO

Esta lista de referências citadas pelo requerente é apenas para conveniência do leitor. A mesma não faz parte do documento da patente Europeia. Ainda que tenha sido tomado o devido cuidado ao compilar as referências, podem não estar excluídos erros ou omissões e o IEP declina quaisquer responsabilidades a esse respeito.

Documentos de patentes citadas na Descrição

- * WO 9804903 A