



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial



CARTA PATENTE N.º PI 0407092-5

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0407092-5

(22) Data do Depósito : 30/01/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 12/08/2004

(51) Classificação Internacional : A23C 7/04; B01D 11/04

(30) Prioridade Unionista : 31/01/2003 NZ 523920

(54) Título : Processo para a extração de compostos de produtos laticínios

(73) Titular : Fonterra Co-Operative Group Limited, Sociedade Neozelandesa. Endereço: The Fonterra Centre, 9 Princes Street, Auckland, Nova Zelândia (NZ).

(72) Inventor : Katrina Fletcher. Endereço: 69 Keruru Drive, RD 4, Palmerston North, Nova Zelândia. Cidadania: Neozelandesa.; Andrew Fletcher. Endereço: 69 Keruru Drive, RD 4, Palmerston North, Nova Zelândia. Cidadania: Neozelandesa.; Owen Catchpole. Endereço: 7/248 Willis Street, Te Aro, Wellington, Nova Zelândia. Cidadania: Neozelandesa.; John Grey. Endereço: 146 Barnard Street, Wadestown, Wellington, Nova Zelândia. Cidadania: Neozelandesa.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 29/04/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 29 de Abril de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA A EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS DE PRODUTOS LATICÍNIOS"**.

INTRODUÇÃO

A presente invenção refere-se a processos para o tratamento de correntes de produtos laticínios e de processos de produtos laticínios, para produzir correntes de lipídios e proteínas substancialmente desengorduradas. Mais especificamente, refere-se ao uso de técnicas de extração de fluidos próximas da crítica para extrair a partir de produtos de laticínios líquidos e correntes de processo de laticínios.

ANTECEDENTES

É bem-conhecido que correntes de produtos laticínios e de processo de produtos laticínios são uma mistura complexa de proteínas, lipídios, açúcares e minerais. Atualmente, há processos limitados disponíveis para extrair e refinar componentes específicos dessas correntes, e a separação de lipídios de proteínas em correntes à base de soro de leite é difícil.

Precipitação ácida, precipitação térmica, precipitação enzimática, separação centrífuga, filtração com membrana e troca iônica são processos bem-conhecidos de separação dos componentes do leite e dos seus subprodutos. No entanto, esses processos não são, freqüentemente, eficientes em custo e não produzem, freqüentemente, os rendimentos desejados. Também, determinados processos de extração devem ser conduzidos sob condições que alteram, irreversivelmente, as propriedades físicas dos componentes separados (por exemplo, a desnaturação das proteínas).

Os pedidos de patente internacionais WO 91/14377 e 92/08363 descrevem o uso de dióxido de carbono supercrítico e dióxido de carbono subcrítico, para a extração parcial de lipídios e a precipitação parcial de proteínas de correntes de produtos laticínios e de processos de produtos laticínios, respectivamente. No entanto, os rendimentos de lipídios são baixos usando-se essas técnicas, com ambas as publicações mostrando um sucesso limitado e nenhuma extração de fosfolipídios e esfingolipídios úteis.

É, portanto, um objetivo da presente invenção proporcionar um processo aperfeiçoado ou alternativo para extrair uma faixa de lipídios de

correntes de produtos laticínios e de processo de produtos laticínios.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Em um primeiro aspecto, a invenção compreende de uma maneira geral um processo para tratamento de uma corrente de produto produto laticínio ou de processo de produto produto laticínio, compreendendo pelo menos as etapas de:

- a) contatar a dita corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio com um solvente à base de éter, que é parcialmente miscível com água, o dito solvente à base de éter estando a uma temperatura e pressão quase críticas, para produzir uma fase fluida quase crítica contendo lipídios;
- b) separar a fase fluida quase crítica da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio, para produzir uma corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio substancialmente desengordurada; em que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio tem um teor de umidade superior a 75%; e
- c) reduzir a pressão da fase fluida quase crítica para recuperar os lipídios.

De preferência, o solvente é gasoso à temperatura ambiente.

Particularmente, o solvente é éter dimetílico ou uma mistura de éter dimetílico e água na ou abaixo da solubilidade de água em éter dimetílico.

De preferência, o éter dimetílico está a uma pressão pelo menos igual à pressão de vapor na temperatura de extração.

De preferência, o éter dimetílico está a uma temperatura entre cerca de 10°C e cerca de 70°C.

Particularmente, o éter dimetílico está a uma temperatura entre cerca de 40°C e cerca de 60°C.

De preferência, a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é selecionada de correntes à base de soro de leite, subprodutos de gordura de leite, leite e creme.

As correntes de produtos ou de processos de produtos laticínios particularmente preferidas, úteis de acordo com a presente invenção, podem

ser selecionadas de soro de leite, resíduos de concentrados de proteínas de soro de leite, subprodutos isolados de proteínas de soro de leite, subprodutos da manteiga, subprodutos anidros de gordura de leite ou efluentes de produtos laticínios contendo lipídios. As correntes de produtos laticínios ou de processos de produtos laticínios podem ser líquidas no seu estado normal, descongeladas de congelador ou reconstituídas de pós.

De preferência, o teor de umidade da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é superior a cerca de 75% e inferior a cerca de 99%.

Particularmente, o teor de umidade da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é entre cerca de 80 e 95%, particularmente, entre 85 e 90%.

De preferência, a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é posta em contato com o solvente de uma maneira contínua.

Em um outro aspecto, a invenção proporciona um extrato de uma corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio, obtido por quaisquer dos processos mencionados acima.

Em mais um outro aspecto, a invenção proporciona uma corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio substancialmente desengordurada, obtida por quaisquer dos processos mencionados acima.

A invenção também pode ser mencionada de uma maneira geral como consistindo em partes, elementos e aspectos referidos ou indicados no relatório descritivo do pedido de patente, individual ou coletivamente, e quaisquer ou todas as combinações de quaisquer dois ou mais das ditas partes, elementos e aspectos, e em que números inteiros específicos são aqui mencionados como tendo equivalentes na técnica à qual esta invenção se refere, esses equivalentes conhecidos sendo considerados como aqui incorporados como se apresentados individualmente.

A invenção consiste no que vai ser apresentado a seguir e também considera construções que vão ser apresentadas como exemplos.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A Figura 1 é um gráfico indicando a região operacional preferida de éter dimetílico com relação às suas pressão e temperatura.

5 A Figura 2 é um diagrama esquemático do equipamento usado para extração quase crítica de sólidos.

A Figura 3 é um diagrama esquemático do equipamento usado para extração quase crítica de líquidos.

A Figura 4 é um cromatograma de HPLC de um extrato típico, mostrando os fosfolipídios e esfingolipídios que são extraídos.

10 DESCRIÇÃO DETALHADA

Cada substância tem o seu próprio ponto "crítico", no qual os estados líquido e de vapor da substância ficam idênticos. Acima, mas próximo ao ponto crítico de uma substância, a substância fica em um estado fluido que tem propriedades de ambos os líquidos e gases. O fluido tem uma
15 densidade similar a um líquido, e viscosidade e difusividade similares a um gás. O termo "supercrítico", como aqui usado, se refere à região de temperatura - pressão acima do ponto crítico de uma substância. O termo "subcrítico" se refere à região de temperatura - pressão igual ou acima da pressão de vapor para o líquido, mas abaixo da temperatura crítica.

20 O termo "quase crítico(a)", como aqui usado, abrange ambas as regiões supercrítica e subcrítica e refere-se às pressões e temperaturas próximas do ponto crítico.

Como mencionado acima, as correntes de produtos laticínios ou de processos de produtos laticínios são uma mistura complexa de proteínas, lipídios, açúcares e minerais. Os lipídios, úteis presentes em correntes de
25 produtos laticínios ou de processos de produtos laticínios, incluem fosfolipídios e esfingolipídios.

Os fluidos quase críticos são solventes úteis para lipídios. CO₂ supercrítico é conhecido como sendo usado para extrair lipídios neutros,
30 mas em combinação com etanol como um co-solvente, pode ser também usado para extrair algumas classes de fosfolipídios. Propano é conhecido como sendo um solvente adequado para extrair lipídios e fosfolipídios neu-

tros.

DME foi usado anteriormente na extração de sabores e aromas de materiais alimentícios sólidos (consultar Yano et al., U.S. 4.069.351 e U.S. 4.136.065), lipídios de gema de ovo cru (Yano et al., U.S. 4.157.404) e pó de ovo seco (Yano et al., U.S. 4.234.619). Na patente U.S. 4.157.404, Yano afirma que ainda que os lipídios possam ser extraídos de gema de ovo cru (75% de teor de umidade), as proteínas são desnaturadas. Na patente U.S. 4.234.619, Yano afirma que as proteínas não são desnaturadas se a gema de ovo for seca, mas os fosfolipídios podem ser apenas parcialmente extraídos.

Verificou-se que a desnaturação da proteína obtida por técnicas de extração com DME podem ser reduzidas ou eliminadas, por garantia de que o teor de umidade da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio de partida seja superior a 75%, e que a adição de água ao DME como um co-solvente, para estimar a água que é co-extraída com lipídios, auxilia na prevenção de desnaturação.

Verificou-se também que tempos de contato curtos, que resultam do processo contínuo da invenção (entre o solvente e a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio), minimizam a desnaturação das proteínas obtidas por técnicas de extração com DME.

O tempo de contato é o período de tempo no qual a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é exposta ao solvente em condições quase críticas.

Em uma concretização preferida da invenção, a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é posta em contato com o solvente em um dispositivo de contato, adequado para processamento contínuo, tal como - mas não limitado a - bocal, misturador estático ou contator de membrana porosa. A separação da corrente de produto laticínio desengordurada (ou produto laticínio) e solvente quase crítico ocorre, desse modo, imediatamente após o dispositivo de contato, e o tempo de contato é, desse modo, da ordem de segundos.

O tratamento de correntes de produtos laticínios ou de proces-

5 sos de produtos laticínios, com teores de umidade superiores a 75% de uma
 maneira contínua com tempos de contato curtos, propicia a extração de lipí-
 dios (incluindo fosfolipídios e esfingolipídios), deixando uma corrente aquosa
 contendo proteínas de produtos laticínios solúveis, substancialmente desen-
 gorduradas.

10 A Figura 1 mostra a curva da pressão de vapor para DME e
 pode ser especificamente usada para determinar o estado do DME, a uma
 determinada combinação de pressão e temperatura. Usando essas informa-
 ções, condições adequadas podem ser criadas de modo a obter rendimento
 máximo.

 As Figuras 2 e 3 são diagramas esquemáticos de equipamento
 que pode ser usado para técnicas de extração quase crítica, e são descritos
 em mais detalhes nos exemplos.

15 A Figura 4 é um cromatograma de HPLC de um extrato de lipí-
 dios (consultar Exemplo 5, WPC tipo B de alto teor de gordura). A chave
 para os picos numerados são os seguintes: 1 - 3, lipídios neutros (71% de
 extrato); 4 - 8' desconhecidos; 9,10, inositóis de fosfatidila; 11 - 12, desco-
 nhcidos; 13 - 15, fosfatidiletanolamina; 16 - 20, desconhecidos; 21, fosfati-
 dilcolina; 22 - 24, esfingomielinas.

20 A faixa de temperatura desejada, especialmente para correntes
 de produtos laticínios contendo proteínas de soro de leite, é em torno de 40
 a 60°C. Por essa faixa estreita, é conhecido que as proteínas do soro do
 leite se desdobravam reversivelmente em solução, e postula-se que esse
 desdobramento permita acesso do solvente quase crítico aos lipídios para
 permitir a extração.

 A operação fora da região preferida é possível, mas leva a ren-
 dimentos mais baixos e congelamento dos produtos em temperaturas abaixo
 da faixa desejada, e à desnaturação térmica das proteínas para temperatu-
 ras acima da faixa desejada.

30 Os processos da presente invenção produzem ambos os extra-
 tos de lipídios e as correntes de proteínas aquosas substancialmente desen-
 gorduradas. Os extratos de lipídios podem ser usados, por exemplo, em ali-

mentos saudáveis, suplementos dietéticos, produtos farmacêuticos e cosméticos, ainda que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio esgotada (correntes de proteínas substancialmente desengorduradas) possa ser usada em, por exemplo, produtos laticínios (por exemplo, 5 queijos, alimentos e bebidas cultivados, sorvete, chocolate), barras nutritivas e artigos cozidos.

Algumas concretizações preferidas da presente invenção estão descritas acima e indicam várias modificações possíveis, mas aqueles versados na técnica vão considerar que outras modificações podem ser feitas, 10 sem que se afaste do âmbito da invenção.

EXEMPLOS

Processo e Aparelho - Extração de Sólidos de Produtos Laticínios

O aparelho para extração de sólidos à base de produtos laticínicos (especialmente pó de concentrado de proteínas de soro de leite - WPC) 15 em uma escala piloto é apresentado na Figura 2. Há dois recipientes de extração para propiciar a extração semicontínua de sólidos, e bombas separadas para compressão dos solventes e esvaziamento e reenchimento dos recipientes de extração. Uma massa medida de pó de WPC foi adicionada a uma cesta de aço inoxidável, que tem placas porosas em qualquer uma das 20 extremidades para permitir a passagem de solvente, mas não de pó. A cesta e o pó foram depois adicionados a um dos recipientes de extração, EX1 ou EX2, que foi depois enchido na pressão do cilindro com solvente quase crítico. CO₂, propano ou DME foi comprimido à pressão operacional por uma bomba pneumática (MP3 para CO₂, MP2 para propano ou DME) e depois 25 aquecido à pressão operacional em HX2. O solvente depois passado descendentemente por um dos recipientes de extração (usualmente EX1) por meio das válvulas VDF1, VO1, VI1, VDF2, antes de passar pelos recipientes de separação 1 e 2, para depositar extrato (ou recipiente de separação 2 apenas para propano e DME).

30 O solvente foi depois reciclado para a bomba, por meio do trocador de calor HX4, destilador de água WT1 e subresfriador HX1 ou HX5. As amostras de extrato foram tiradas a intervalos de tempo regulares das vál-

vulas EV1 e EV2, como adequado. As extrações foram conduzidas por 90 - 120 minutos.

Processo e Aparelho - Extração de Líquidos de Produtos Laticínios

O aparelho de 10 litros para o fracionamento de componentes de produtos laticínios líquidos, especialmente concentrados de proteínas de soro de leite (WPC) usando CO₂, éter dimetílico (DME) ou propano, é apresentado na Figura 3, e é descrito com referência a essa figura. O aparelho é descrito para o uso de DME como o solvente, e WPC como o componente de produto laticínio. DME foi suprido ao aparelho por cilindros de suprimento de líquidos CYL1 e 2. O DME foi depois passado por um destilador de água resfriado WT1 e condensador/subresfriador HX1, antes de ser comprimido à pressão operacional por uma bomba de deslocamento positivo MP1. O solvente comprimido foi depois passado pelo trocador de calor do preaquecedor HX2, e depois para o recipiente de extração EX1, por meio de um tubo descendente vertical, ou tubo vertical e misturador estático. Simultaneamente, WPC foi retirado de um tanque de suprimento LT1 montado em uma balança B1, foi depois comprimido à pressão operacional pela bomba de pistão LP1, e depois passado por um trocador de calor (não mostrado). O WPC de alta pressão foi depois misturado com o solvente em uma junta cruzada, pouco antes para o tubo vertical/misturador estático que passou para o EX1. O co-solvente (água) pode ser também adicionado na junta cruzada. Esse foi suprido de outro tanque de armazenamento (não mostrado) e comprimido à pressão operacional usando a bomba LP2. O WPC parcial ou totalmente desengordurado foi aspergido no fundo do recipiente, e foi recuperado a intervalos de tempo regulares da base do EX1 por meio da válvula EV3.

Água foi depois adicionada à base do recipiente em alguns experimentos para proporcionar um "lago de água" para aspergir o WPC nele. Na medida em que o WPC foi recuperado pela válvula EV3, a pressão da solução foi reduzida da pressão operacional para a pressão do cilindro. A solução de WPC foi depois recuperada da base do recipiente de coleta auxiliar SV3, enquanto que o DME, que era lançado da solução foi reciclado por

meio da válvula RV3, e recomprimido por meio do compressor RC1. Os lipídios e um pouco de água foram dissolvidos no DME, e deixaram o recipiente de extração por meio de uma descarga próxima da parte de topo do recipiente, e depois passados pela válvula BV1, para evitar o primeiro recipiente de separação. A solução rica em DME combinada foi depois passada por um regulador de retropressão BPR1, no qual a pressão foi reduzida à pressão do cilindro (~ 5 - 6 bar) e depois pelo trocador de calor HX3 e para o recipiente de separação encamisado SV2. O extrato (lipídios e água) foi precipitado nesse recipiente. O extrato foi recuperado a intervalos de tempo regulares por despressurização posterior pela válvula EV5 em um separador adicional SV5, para evitar congelamento do extrato, e depois pela válvula VV5. O separador adicional foi verificado como sendo desnecessário para o DME, devido ao alto teor de água do extrato. A massa de DME deixou a parte de topo do SV2 e depois passou por um rotâmetro de massa Coriolis FM1, trocador de calor resfriador HX4, antes de ser reciclado para o MP1 por meio do destilador de água WT1. Quando CO₂ foi usado, o separador intermediário SV1 foi também usado para permitir o fracionamento em dois estágios dos extratos. De modo similar, quando etanol foi usado como um co-solvente, o separador SV5 foi usado para recuperar eficientemente o etanol, e expulsão do propano ou CO₂ para a descarga.

O aparelho e o processo dos componentes líquidos dos produtos laticínios foram modificados de acordo com o produto laticínio extraído, solvente usado, e processo de contato entre o líquido e o solvente. O refinado (componente de produto laticínio desengordurado) foi recuperado por despressurização à pressão atmosférica, por meio da válvula EXV1, quando do uso de CO₂. Para propano e DME, isso resultou em espumação excessiva do refinado como o solvente expulso, e congelamento da corrente de proteínas, tudo provocando desnaturação, e, desse modo, um separador adicional foi usado. Um misturador estático foi empregado após a junta cruzada, para proporcionar uma melhor mistura entre o DME, a corrente de produto laticínio líquida e o co-solvente de água. O recipiente EX1 foi convertido em uma coluna recheada em contracorrente por colocação de anéis Pall de aço ino-

- 5 xidável de 12 mm na parte de topo de uma placa de distribuição de líquido/gás, dentro do recipiente, para formar um leito recheado aleatoriamente, e trocar os pontos de entrada para o solvente e a corrente de produto laticínio líquida para as partes de fundo e topo do recipiente, respectivamente. O refinado líquido foi retirado da base do EX1 e o solvente e a fase de extrato da parte de topo do EX1.

RESULTADOS

Exemplo 1: Extração de Sólidos de WPC de Produtos Laticínios

- 10 Este exemplo mostra que o rendimento de lipídios de sólidos de WPC de produtos laticínios é muito baixo para todos os solventes quase críticos e, desse modo, a extração é mais efetiva de soluções líquidas. Os pós de concentrados de proteínas de soro de leite, com a composição de 80,26% em massa de proteína, 6,83% em massa de lipídio e um teor total de sólidos de 96,43%, foram extraídos com os solventes quase críticos dióxido
- 15 de carbono, propano e éter dimetílico. Experimentos em escala de laboratório adicionais foram conduzidos com éter dimetílico em temperaturas elevadas. O solvente, a pressão, a temperatura, a massa de sólidos usada, a massa de solvente usada e os rendimentos de sólidos do extrato dos lipídios são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Rendimentos de Lipídios para a Extração de Sólidos de WPC com Vários Solventes

Solvente	Pressão, bar	Temperatura, °C (°K)	Massa de sólidos usada, g	Massa de solvente usada, g	Massa de extrato, g	Rendimento, % de Sólidos	Rendimento, % de Lipídios
CO ₂	300	43,9 (317,1)	3600,0	18,9	2,69	0,07	1,05
Propano	32	40,9 (314,1)	3600,0	11,8	3,97	0,11	1,56
DME	32	10,9 (314,1)	3600,0	10,9	4,58	0,13	1,80
DME	55	50,7 (323,9)	129,2	0,41	0,34	0,26	3,60
DME	55	53,9 (333,1)	129,1	0,42	0,56	0,43	5,95

Os rendimentos de lipídios são muito baixos e um aumento na temperatura de extração não aumentou o rendimento da extração ao nível desejável.

Exemplo 2: Extração de Líquidos de WPC de Produtos Laticínios, 80% de Proteína

5 Este exemplo mostra que um solvente à base de éter miscível com água (neste caso, éter dimetílico) pode ser usado como um solvente - com e sem água como um co-solvente - para a extração de lipídios de cor-
rentes líquidas de WPC de produtos laticínios. Um concentrado de proteínas
10 de soro de leite fresco, contendo 80,26% em massa de proteína, 6,83% em massa de lipídio e um teor de sólidos total de 96,43% em uma base de pó, e 21,45% de sólidos em uma base como recebido, foi extraído com dióxido de carbono supercrítico a 300 bar com e sem etanol como um co-solvente, pro-
pano quase crítico com e sem etanol como um co-solvente, e éter dimetílico
15 com e sem água como um co-solvente. O solvente, a pressão, a temperatura, a massa de sólidos usada, a massa de solvente usada e os rendimentos de extração de sólidos e lipídios são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Rendimentos de Lipídios para a Extração de Sólidos de WPC com Vários Solventes

Solvente	% em Massa de co-solvente	Massa de WPC, kg	Massa de Solvente Usada, kg	Pressão, bar	Temperatura, °C (°K)	Rendimento de Lipídios
DME	nenhum	2,086	29,88	40-45	313	93,3
Propano	nenhum	1,115	4,13	44	312	0
CO ₂	nenhum	2,023	33,51	300	317	1,6
CO ₂	etanol, 6,0	2,018	28,65	300	301-313	11,5
Propano	etanol, 8,6	1,992	34,78	37	313	12,5
DME	Água, 6,6	1,984	26,51	46-50	290	41,3

O rendimento de lipídio usando DME, sem água como um co-solvente, foi muito alto, mas as proteínas foram bastante secas e desnaturadas, e não puderam ser facilmente recuperadas do recipiente de extração, pois ficaram insolúveis em água. O uso de água como co-solvente, a uma temperatura

5 de extração reduzida de 16,8°C (290°K), reduziu o rendimento de lipídio a 41,3%, mas permitiu uma recuperação quantitativa de proteína parcialmente desengordurada em solução. A corrente de refinado rico em proteína, recuperada do ensaio de propano, formou uma espuma vigorosa de longa duração. Não foram extraídos quaisquer lipídios. Quando etanol foi usado como um co-

10 solvente com propano, o rendimento de lipídio aumentou de zero a 12,5%, mas parte do etanol foi recuperada na corrente rica em proteína de refinado, e uma camada de lodo de proteína desnaturada foi formada por repouso à temperatura ambiente nessa corrente. Dióxido de carbono supercrítico produziu um rendimento de lipídio de apenas 1,6%. O uso de etanol como um co-solvente au-

15 mentou o rendimento de lipídio para 11,5%, mas resultou novamente em uma corrente de refinado rica em proteína contendo algum etanol. Uma camada de lodo de proteína desnaturada se formou por repouso à temperatura ambiente.

Exemplo 3: Extração de Concentrado de Proteína de Soro de Leite (WPC) de Alto Teor de Gordura Reconstituído

20 Este exemplo mostra o efeito da concentração de sólidos no rendimento de lipídios de resíduos de alto teor de gordura oriundos da produção de isolados de proteína de soro de leite por filtração em membrana. Os sólidos de WPC de alto teor de gordura com a composição de 61,95% de proteína, 9,72% de lipídio, 3,04% de umidade, o restante de lactose e cinza,

25 foram reconstituídos com água destilada e desionizada a concentrações de sólidos (como recebidos) de 7,2, 14 e 21% em massa, equivalente aos teores de proteína e lipídio de 4,52 e 0,78; 8,67 e 1,36; 13,01 e 1,36% em massa, respectivamente. Os líquidos de WPC reconstituídos foram extraídos usando o aparelho mostrado na Figura 3. Um misturador estático foi usado

30 para promover mistura do resíduo e éter dimetilico. Os rendimentos de lipídios são apresentados como um percentual do total disponível para extração, e são resumidos na Tabela 3.

Tabela 3: Rendimentos de Lipídios de Resíduos de WPC de Altos Teores de Gordura Reconstituídos

Solvente	% em Massa de Co-solvente	Massa de WPC, kg	Teor de Sólidos, %	Massa de Solvente Usada, kg	Pressão, bar	Temperatura, °C (°K)	Rendimento de lipídios
DME	Nenhum	4,13	7,2	38,14	40	323	64,7
DME	Água, 5,3	4,50	14	49,39	40	321	50,2
DME	Água, 7,4	3,57	21	36,43	40	324	33,7

O rendimento de lipídio diminui na medida em que a concentração dos sólidos aumenta e é quase zero quando são usados sólidos secos, como mostrado no Exemplo 1.

Exemplo 4: Extração de WPC com Alto Teor de Gordura Reconstituído e Preparação do Extrato de Lipídio e de Produtos de Proteínas Desengordurados.

Sólidos de WPC com altos teores de gordura, com a composição de 61,95% de proteína, 9,72% de lipídio, 3,04% de umidade, o restante de lactose e cinza, foram reconstituídos com água desionizada, destilada, para produzir a seguinte composição de líquido de 8,80% de proteína de soro de leite, 1,56% de lipídios, 13,56% de sólidos totais, o restante de água destilada. 56,4 kg de WPC reconstituído foram extraídos com 474,2 kg de éter dimetílico a 49,8°C (323°K) e uma pressão de 42 bar no aparelho de fluxo contínuo (Figura 3), utilizando um misturador estático. 29,4 kg de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do concentrado de proteína de soro de leite. 28,3 kg de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 624,8 g de lipídio, a um rendimento de 71% do lipídio total disponível. O lipídio continha 29,0% de fosfolipídios. Um corrente de refinado rico em proteína desengordurada foi recuperada continuamente do processo de extração. A corrente de proteína desengordurada aquosa recuperada, com aproximadamente 14% de sólidos totais, foi seca por aspersão, para produzir um pó com a seguinte composição: proteína - 66,5%; lipídios - 3,1%; lactose - 17,8%; cinza - 9,0%; e umidade - 3,9%.

Exemplo 5: Extração de WPC de Alto Teor de Gordura Reconstituído de Diferentes Fontes

Este exemplo mostra que o preaquecimento do WPC, antes de colocá-lo em contato com éter dimetílico, aperfeiçoa a eficiência de extração de gordura para WPC de alto teor de gordura, produzido por troca iônica ou microfiltração. WPC de alto teor de gordura, obtido por secagem por aspersão da corrente de subproduto ultrafiltrado de isolato de proteína de soro de

leite, produzido por troca iônica (WPC A); e WPC de alto teor de gordura obtido por secagem por aspersão da corrente de subproduto ultrafiltrado de isolato de proteína de soro de leite, produzido por microfiltração (WPC B), foram reconstituídos a um teor total de sólidos de 14%. A composição em

5 base seca de WPC A era de 79,2% de proteína, 10,9% de gordura, 1,0% de lactose e 3,61% de cinza, e a base reconstituída foi de 10,97% de proteína, 1,5% de gordura, 0,1% de lactose e 0,5% de cinza, o restante de água destilada. A composição em base seca de WPC B foi de 74,6% de proteína, 11,6% de gordura, 4,3% de lactose e 3,6% de cinza, e a base reconstituída

10 foi de 10,21% de proteína, 1,6% de gordura, 0,6% de lactose, 0,5% de cinza, o restante de água destilada. Ambas as correntes de WPC de altos teores de gordura reconstituídos foram processadas no aparelho mostrado na Figura 3, utilizando um misturador estático com duas modificações adicionais: um trocador de calor foi inserido entre LP1 e EX1 para preaquecer a cor-

15 rente de WPC, antes de contatá-la com éter dimetílico; e um trocador de calor foi inserido entre a base de EX1 e o recipiente de coleta de refinado SV3, para aquecer a corrente de refinado para expulsar o éter dimetílico dissolvido. 5.917,4 g de WPC A reconstituído foram extraídos com 53,97 kg de éter dimetílico a 50,8°C (324°K) e uma pressão de 40 bar. 2.600 g de co-solvente

20 de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do concentrado de proteína de soro de leite. 3.070,5 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 82 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio, equivalente a um rendimento de lipídio global de 85%, continha em torno de 32% de fosfolipídios. 5.435,6 g de uma corrente de refina-

25 do aquosa, rica em proteína solúvel desengordurada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 11,89% de proteína e apenas 0,25% de gordura.

6.067,5 g do WPC B reconstituído foram extraídos com 39,69 kg

30 de éter dimetílico a 52,8°C (326°K) e uma pressão de 40 bar. 3.100 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do concentrado de proteína de soro de leite.

- 2.357,5 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 86,1 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio, equivalente a um rendimento global de lipídio de 80%, continha em torno de 29% de fosfolipídios. 6.170 g de uma corrente
- 5 aquosa de refinado, rica em proteína desengordurada solúvel, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 10,05% de proteína e apenas 0,3% de gordura. WPC B é produzido por um processo similar àquele para WPC com alto teor de gordura, usado nos Exemplos 3 e 4; o percentual de lipídio extraído aumentou de 70% (Exemplo 4) para 80%.
- 10 **Exemplo 6:** Extração de Soro Beta Antes e Depois do Momento Propício
- Soro beta é uma corrente rica em fosfolipídio derivada da produção de gordura de leite anidra. A composição dessa corrente de subproduto é dependente do momento propício. As proteínas são predominantemente proteínas de caseína. Neste exemplo, os lipídios são extraídos de ambos o
- 15 soro beta fresco e descongelado (de refrigerador). O soro beta após o momento propício, com uma composição em base seca de 30,91% de proteína, 21,38% de lipídio, o restante de lactose e cinza, foi fornecido fresco com um teor de sólidos total de 10,01%, incluindo proteína a 3,09% e lipídios a 2,14%. O soro beta antes do momento propício, com uma composição em
- 20 base seca de 30,5% de proteína, 19,5% de lipídio, 43,9% de lactose e 6,1% de cinza, foi fornecido congelado com um teor de sólidos total de 9,69%, incluindo proteína a 3,04%, gordura a 1,95%, lactose a 4,39% e cinza a 0,61%. Ambas as correntes líquidas de soro beta foram extraídas no aparelho mostrado na Figura 3, com as modificações descritas no Exemplo 5.
- 25 8.664,2 g de soro beta fresco após momento propício foram extraídos com 80,88 kg de éter dimetílico a 50,8°C (324°K) e uma pressão de 40 bar. 3.679 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do soro beta. 5.084,0 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evapora-
- 30 dor a vácuo rotativo, para produzir 195,0 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio foi equivalente a um rendimento de lipídio global de 93%. 7.588 g de uma corrente de refinado aquosa, rica em proteína solúvel desengordu-

rada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 2,47% de proteína e apenas 0,27% de gordura.

Soro beta antes do momento propício foi descongelado e depois agitado em temperatura ambiente por 2 horas para obter homogeneidade de amostra. 7.949,6 g de soro beta antes do momento propício foram extraídos com 80,45 kg de éter dimetílico a 48,8°C (322°K) e uma pressão de 40 bar. 3.400 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do soro beta. 4.333,5 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 144,6 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio foi equivalente a um rendimento de lipídio global de 93%. 6.598,2 g de uma corrente de refinado aquosa, rica em proteína solúvel desengordurada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 3,45% de proteína e apenas 0,50% de gordura.

15 Exemplo 7: Extração de Soro Beta com Teor Reduzido de Lactose

Neste exemplo, soro beta, que foi ultrafiltrado para produzir um resíduo de soro beta de baixo teor de lactose (LLBS), e depois diafiltrado para produzir um resíduo de soro beta de teor de lactose muito baixo (VLBS), foi testado a uma concentração de aproximadamente 20% de sólidos. Os VLBS e LLBS foram produzidos do soro beta antes do momento propício usado no Exemplo 6. A composição de LLBS, base seca, era de 47,3% de proteína, 31,7% de gordura, 16,1% de lactose e 4,9% de cinza. LLBS congelado foi fornecido com 23,5% de sólidos dissolvidos, incluindo 11,1% de proteína, 7,45% de lipídios, 3,8% de lactose e 1,15% de cinza. A composição de VLBS, base seca, era de 50,9% de proteína, 34,2% de lipídios, 9,9% de lactose e 5,0% de cinza. VLBS congelado foi fornecido com 20,18% de sólidos dissolvidos, incluindo 10,3% de proteína, 6,90% de lipídios, 2,0% de lactose e 1,0% de cinza. Ambas as correntes líquidas de soro beta foram extraídas no aparelho mostrado na Figura 3, com as modificações descritas no Exemplo 5. Ambos os LLBS e VLBS foram descongelados e depois agitados em temperatura ambiente por 2 horas, para obter homogeneidade da amostra. 7.949,8 g de LLBS foram extraídos com 85,02 kg de

éter dimetílico a 43,8°C (317°K) e uma pressão de 40 bar. 4.700 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do soro beta. 5.146,2 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 478,1 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio foi equivalente a um rendimento de lipídio global de 74%. O teor de fosfolipídio foi de 31% dos lipídios totais. 6.809,9 g de uma corrente de refinado aquosa, rica em proteína solúvel desengordurada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 10,8% de proteína e apenas 2,0% de gordura.

8.834,0 g de VLBS foram extraídos com 95,04 kg de éter dimetílico a 49,8°C (323°K) e uma pressão de 40 bar. 3.800 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do soro beta. 5.622,6 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 495,1 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio foi equivalente a um rendimento de lipídio global de 74%. O teor de fosfolipídio foi de 40% dos lipídios totais. 5.094,3 g de uma corrente de refinado aquosa, rica em proteína solúvel desengordurada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 11,93% de proteína e apenas 2,1% de gordura.

Exemplo 8: Extração de Soro Beta com Teor Reduzido de Lactose Diluído a 10% de Sólidos Dissolvidos

Neste exemplo, o resíduo de soro beta de baixo teor de lactose (LLBS) e o resíduo de soro beta de teor muito baixo de lactose (VLBS) do Exemplo 7 foram diluídos a concentrações de aproximadamente 10% de sólidos, por adição de água desionizada destilada nas proporções corretas para os respectivos resíduos descongelados e agitados. Os resíduos de soro diluídos são renomeados LLBSD e VLBSD. As composições em base seca de LLBSD e VLBSD ficam inalteradas em relação àquelas do Exemplo 7. LLBSD foi produzido com 11,1% de sólidos dissolvidos, incluindo 5,53% de proteína, 3,50% de lipídios, 1,5% de lactose e 0,5% de cinza. O VLBSD foi produzido com 9,26% de sólidos dissolvidos, incluindo 4,7% de proteína,

3,20% de lipídios, 0,9% de lactose e 0,5% de cinza. Ambas as correntes líquidas de soro beta foram extraídas no aparelho mostrado na Figura 3, com as modificações descritas no Exemplo 5. Ambos os LLBSD e VLBSD foram armazenados em uma geladeira de um dia para o outro, após serem produzidos de LLBS e VLBS, respectivamente. 7.651,4 g de LLBSD foram extraídos com 78,67 kg de éter dimetílico a 54,8°C (328°K) e uma pressão de 40 bar. 4.250 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do soro beta. 5.172,5 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 290,7 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio foi equivalente a um rendimento de lipídio global de 87%. O teor de fosfolipídio foi de 49,2% dos lipídios totais. 6.103,8 g de uma corrente de refinado aquosa, rica em proteína solúvel desengordurada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 6,52% de proteína e apenas 0,5% de lipídio, com um teor de fosfolipídio de 52,4% de lipídios totais. Houve um aumento significativo no rendimento de lipídios e redução nos lipídios residuais no refinado, comparado como LLBS no Exemplo 7.

6.885,9 g de VLBSD foram extraídos com 75,49 kg de éter dimetílico a 44,8°C (318°K) e uma pressão de 40 bar. 4.150 g de co-solvente de água foram adicionados continuamente ao éter dimetílico, para promover a extração de água do soro beta. 5.834,5 g de extrato foram recuperados, que foram depois evaporados à secura em um evaporador a vácuo rotativo, para produzir 226,0 g de extrato rico em lipídio. O teor de lipídio foi equivalente a um rendimento de lipídio global de 86%. O teor de fosfolipídio foi de 46,5% dos lipídios totais. 5.362,6 g de uma corrente de refinado aquosa, rica em proteína solúvel desengordurada, foram recuperados continuamente do processo de extração, contendo 6,52% de proteína e apenas 0,5% de lipídio, com um teor de fosfolipídio de 47,9% de lipídios totais. Houve um aumento significativo no rendimento de lipídios e redução nos lipídios residuais no refinado, comparado ao VLBS no Exemplo 7.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para tratamento de uma corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

- 5 a) contatar a dita corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio com um solvente à base de éter, que é gasoso em temperatura ambiente e que é parcialmente miscível com água, o dito solvente à base de éter estando a uma temperatura e pressão quase críticas, para produzir uma fase fluida quase crítica contendo lipídios;
- 10 b) separar a fase fluida quase crítica da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio, para produzir uma corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio substancialmente desengordurada; em que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio tem um teor de umidade superior a 75%; e
- 15 c) reduzir a pressão da fase fluida quase crítica para recuperar os lipídios.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente está a uma temperatura entre 10°C e 70°C.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado
20 pelo fato de que o solvente está a uma temperatura entre 40°C e 60°C.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é selecionada de correntes à base de soro de leite, subprodutos de gordura de leite, leite e creme.

25 5. Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é selecionada dos seguintes: soro de leite, resíduos de concentrados de proteínas de soro de leite, subprodutos isolados de proteínas de soro de leite, subprodutos da manteiga, subprodutos de gordura de leite anidra e efluentes de produtos laticínios contendo lipídios.
30

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a corrente de produto laticínio ou de pro-

cesso de produto laticínio é um líquido.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio foi descongelada de um estado congelado.

5 8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio foi reconstituída de pó.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o teor de umidade da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é superior a 75% e inferior a 99%.

10 10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o teor de umidade da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é entre 80 e 90%.

15 11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o teor de umidade da corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é entre 85% e 90%.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o solvente é éter dimetílico.

20 13. Processo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o solvente é misturado com água, na ou abaixo da solubilidade de água em éter dimetílico antes de contatar a mistura do solvente e água com corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio.

25 14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o solvente está na ou acima da pressão de vapor do solvente na temperatura de extração.

30 15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que a corrente de produto laticínio ou de processo de produto laticínio é posta em contato com o solvente de uma maneira contínua.

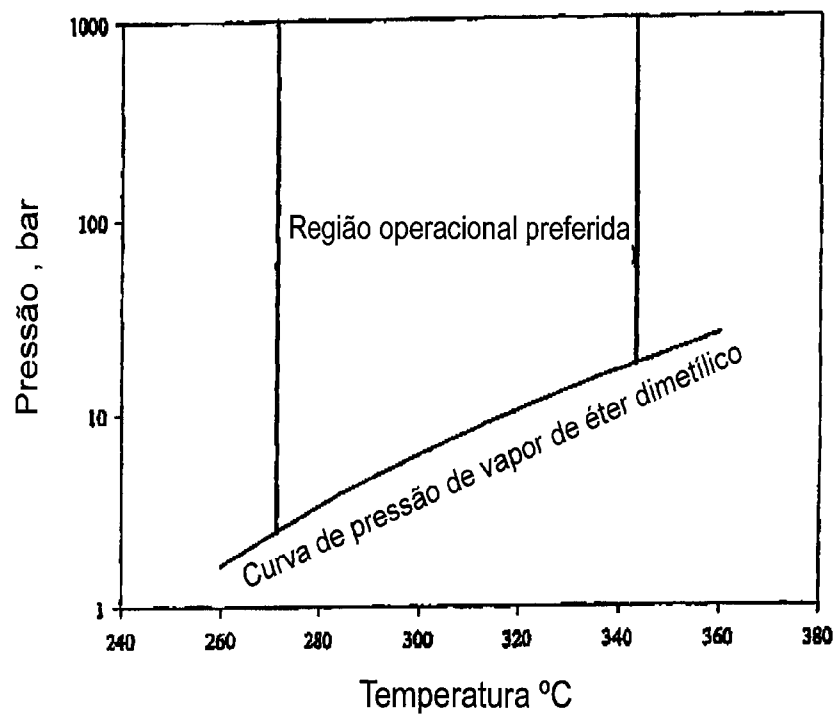


FIG 1

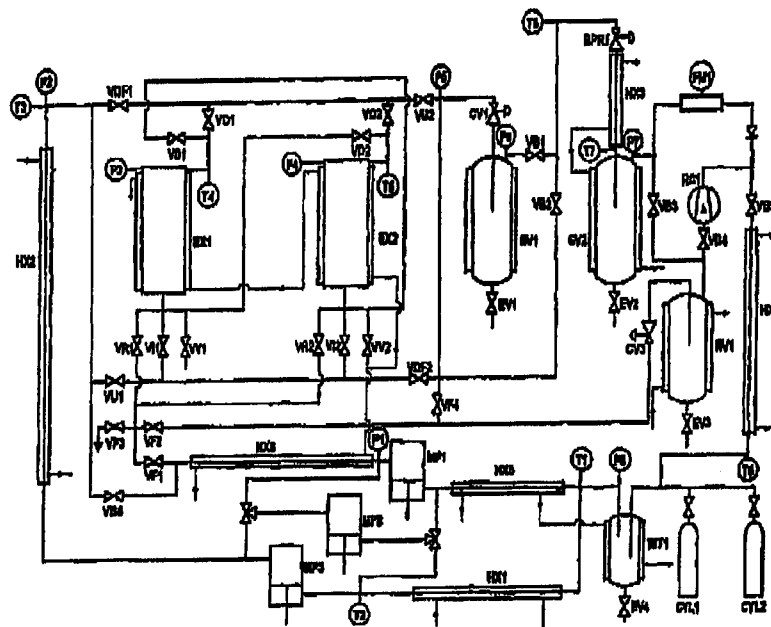


FIG 2

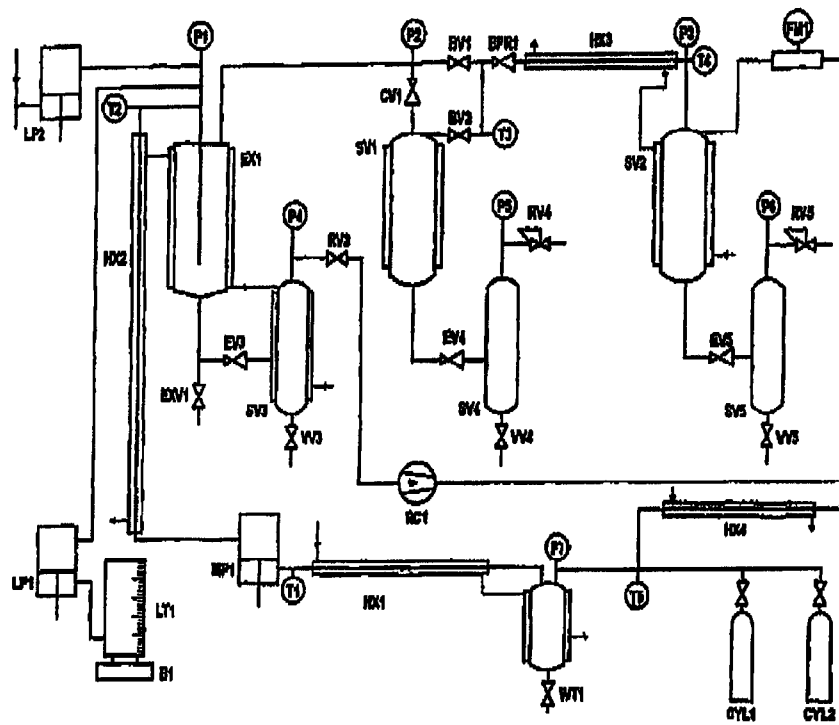


FIG 3

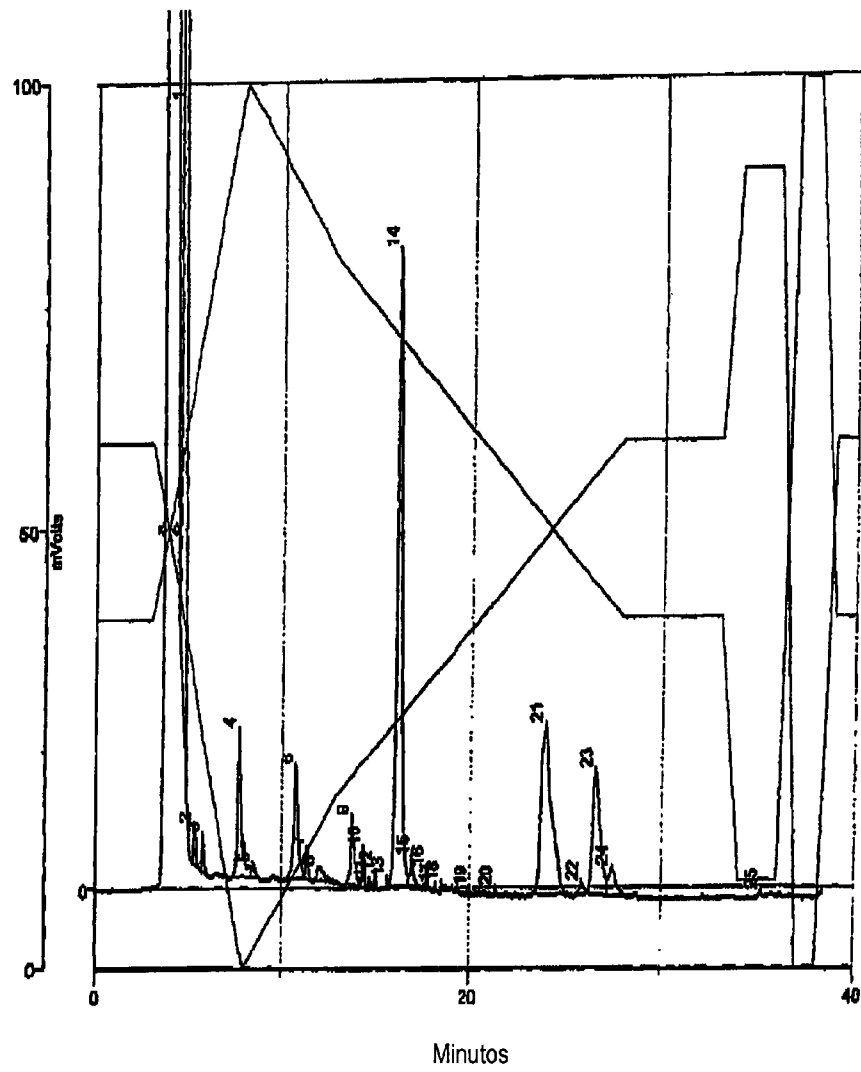


FIG 4

RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSO PARA A EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS DE PRODUTOS LATICÍNIOS"**.

5 A presente invenção refere-se a processos para o tratamento de correntes de produtos laticínios e de processos de produtos laticínios, para produzir correntes de lipídios e proteínas substancialmente desengorduradas. Mais especificamente, refere-se ao uso de técnicas de extração de fluidos quase crítica a extrato de lipídios a partir de correntes de produtos laticínios e de processo de produtos laticínios líquidas. Os solventes preferidos
10 para uso nas técnicas de extração quase crítica são solventes à base de éter, que são parcialmente miscíveis com água. Um solvente particularmente preferido para uso na invenção é éter dimetílico.