INPI
INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

(11) *Número de Publicação:* **PT 681615 E**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)
C13D003/14 A B01D015/08 B

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

(22) *Data de depósito:* 1994.01.21

(30) *Prioridade:* 1993.01.26 FI 930321

(43) *Data de publicação do pedido:*
1995.11.15

(45) *Data e BPI da concessão:*
2001.08.29

(73) *Titular(es):*
DANISCO FINLAND OY
KEILARANTA 9 02150 ESPOO FI

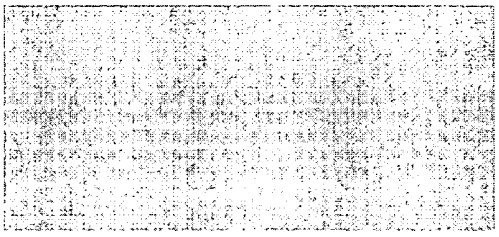
(72) *Inventor(es):*
HEIKKI HEIKKILA FI
JARMO KUISMA FI
GORAN HYOKY FI

(74) *Mandatário(s):*
ANTÓNIO JOÃO COIMBRA DA CUNHA FERREIRA
RUA DAS FLORES 74 4/AND. 1294 LISBOA PT

(54) *Epígrafe:* MÉTODO PARA O FRACCIONAMENTO DE MELAÇO

(57) *Resumo:*

MÉTODO PARA O FRACCIONAMENTO DE MELAÇO



DESCRIÇÃO

"Método para o fraccionamento de melaço"

A presente invenção refere-se a um método para o fraccionamento de melaço utilizando um sistema cromatográfico de leito móvel simulado em que o escoamento de líquido no interior da coluna é realizado numa única direcção num sistema compreendendo pelo menos dois leitos cromatográficos de material de enchimento parcial. O fraccionamento de melaço denota o fraccionamento de vários subprodutos de origem vegetal das indústrias alimentar e de fermentação, tal como de melaço de beterraba e de cana, da destilação de caldos de fermentação de melaço ("*stillage*"), de efluentes do fabrico de açúcar ("vinasse"), e borra de melaço ("*slop*"), melaço de madeira, licor de maceração de milho, melaço de trigo, cevada e milho (amido C hidrolisado). No método da invenção, o produto ou os produtos são recuperados durante uma sequência de múltiplos passos compreendendo as fases seguintes: fase de alimentação do melaço, fase de eluição e fase de reciclagem.

O líquido presente nos leitos de material de enchimento parcial com os seus perfis de sólidos secos é reciclado na fase de reciclagem num ciclo compreendendo um, dois ou vários leitos de material de enchimento parcial.

Estas fases são empregues para formar sequências compreendendo vários passos processuais. De acordo com a invenção, uma sequência compreende preferivelmente cinco a dez passos. Um passo compreende, por exemplo,

uma fase de alimentação do melaço e/ou alimentação de um líquido eluente e recuperação do produto ou dos produtos, ou

uma fase de eluição com recuperação de um produto ou de produtos, ou

fase de reciclagem e fase de eluição com recuperação de um produto ou de produtos, ou

duas ou mais fases de reciclagem.

As sequências compreendendo os referidos passos são repetidas cinco a dez vezes para atingir um equilíbrio.

Tipicamente, empregam-se três a doze, preferivelmente três a seis leitos cromatográficos de material de enchimento parcial. Um ciclo pode compreender um, dois ou vários leitos de material de enchimento parcial. Utiliza-se

preferivelmente uma resina de permuta catiónica fortemente ácida como material de enchimento da coluna.

O sistema de leito móvel simulado foi desenvolvido e introduzido por UOP (United Oil Products), E.U.A., no início dos anos 1960, inicialmente para aplicações petroquímicas (Patente U.S. 2 985 589). Actualmente conhecem-se vários métodos de leito móvel simulado para várias aplicações diferentes (Patentes U.S. 3 706 812, 4 157 267, 4 267 054, 4 293 346, 4 312 678, 4 313 015, 4 332 623, 4 359 430, 4 379 751, 4 402 832, 4 412 866, 4 461 649, 4 533 398 e 5 127 957, e pedido publicado de patente europeia 0 279 946).

O sistema de leito móvel simulado permite desempenhos na separação que são muitas vezes superior, e inferior diluição dos produtos (consumo de eluente) do que no método descontínuo.

O método do leito móvel simulado é contínuo ou sequencial.

Num método de leito móvel simulado contínuo todos os escoamentos são contínuos. Estes escoamentos são: alimentação da solução de alimentação e líquido eluente, reciclagem de mistura líquida e recuperação de produtos (usualmente apenas dois). O caudal destes escoamentos pode ser ajustado de acordo com os objectivos da separação (rendimento, pureza, capacidade). Normalmente, combinam-se 8 a 20 leitos de material de enchimento parcial num único ciclo. De acordo com a patente U.S. 4 402 832 supramencionada, as fases de reciclagem foram aplicadas à reciclagem de fracções diluídas. Os pontos de alimentação e de recuperação de produtos são desviados ciclicamente para jusante. Devido à alimentação de líquido eluente e de solução de alimentação (e devido à recuperação dos produtos) e ao escoamento através do leito de material de enchimento, forma-se um perfil de sólidos secos. Os ingredientes que têm uma taxa de migração inferior no leito de enchimento concentram-se na extremidade a jusante dos perfis de sólidos secos e, respectivamente, os ingredientes que têm uma taxa de migração superior na extremidade a montante. Os pontos de alimentação para a solução de alimentação e para o líquido eluente e os pontos de recuperação para os o produto ou os produtos, são desviados de modo gradual, substancialmente à mesma velocidade a que se movem os perfis de sólidos secos no leito. O produto ou os produtos são recuperados substancialmente da extremidade a montante e a jusante dos perfis de sólidos secos, e a solução de alimentação é alimentada aproximadamente no ponto máximo do perfil dc sólidos

secos e o líquido eluente aproximadamente ao ponto mínimo do perfil de sólidos secos. Parte da fracção de produtos separada é reciclada por meio do escoamento cíclico contínuo e, como apenas parte do perfil de sólidos secos é removida do leito de material de enchimento.

O desvio cíclico dos pontos de alimentação e de recuperação é realizado utilizando válvulas de alimentação e de recuperação dispostas ao longo do leito de material de enchimento na extremidade a montante e a jusante de cada leito de material de enchimento parcial. Quando se pretende recuperar fracções de produto com elevada pureza, têm que ser empregues tempos de fases curtos e uma pluralidade de leitos de material de enchimento parcial (a instalação tem válvulas e equipamento de alimentação de recuperação correspondentes).

Num método de leito móvel simulado sequencial nem todos os escoamentos são contínuos. Num método de leito móvel simulado sequencial os escoamentos são: alimentação de solução de alimentação e de líquido eluente, reciclagem de mistura líquida e recuperação de produtos (dois a quatro ou mais produtos; *e.g.*, betaína como uma terceira fracção na separação de melaço de beterraba e monossacáridos na separação de cana de açúcar). O caudal e os volumes das diferentes alimentações e fracções de produtos podem ser ajustados de acordo com os objectivos da separação (rendimento, pureza, capacidade). O método compreende três fases básicas: alimentação, eluição e reciclagem. Durante a fase de alimentação, uma solução de alimentação, e possivelmente também um líquido eluente, é alimentada a leitos de material de enchimento parcial predeterminados e, simultaneamente, são recuperados dois ou mesmo três fracções de produto. Durante a fase de eluição, o líquido eluente é alimentado a um leito de material de enchimento parcial predeterminado e, durante as referidas fases, são recuperados uma ou mesmo duas fracções de produto, em adição ao resíduo. Durante a fase de reciclagem, não são alimentados nem solução de alimentação nem líquido eluente, aos leitos de material de enchimento parcial nem são recuperados produtos.

O pedido de patente de Finnish 882740 (Patente U.S. 5 127 957) descreve um método para a recuperação de betaína e sacarose de melaço de beterraba utilizando um método de leito móvel simulado sequencial, compreendendo aí o sistema cromatográfico pelo menos três leitos cromatográficos de material de enchimento parcial ligados em série e adaptados para o escoamento de líquidos num único sentido em leitos de material de enchimento parcial, método no qual a betaína e a sacarose são separadas durante a mesma sequência compreendendo:

- fase de alimentação do melaço, em que uma solução de alimentação de melaço é alimentada a um dos referidos leitos de material de enchimento parcial e em que é alimentada água eluente de modo substancialmente simultâneo a outro leito de material de enchimento parcial,
- fase de alimentação de água eluente, e
- fase de reciclagem,

sendo estas fases repetidas uma ou várias vezes durante a sequência.

Desenvolveu-se agora um novo método de leito móvel simulado sequencial que é particularmente adequado para o fraccionamento de melaço. O novo método origina uma solução de sacarose mais pura com melhor rendimento e/ou capacidade.

No novo método, o escoamento líquido no interior das colunas é disposto num único sentido num sistema que compreende pelo menos dois leitos de material de enchimento parcial, e o produto ou os produtos são recuperados durante uma sequência de múltiplos passos.

Preferivelmente, um passo compreende uma fase de alimentação do melaço e/ou uma ou mais fases de alimentação de um líquido eluente, e uma fase de recuperação de um produto ou de produtos. Numa concretizações adicional preferida, um passo compreende uma ou mais fases de reciclagem, e uma fase de alimentação para o líquido eluente e uma fase de recuperação de produtos.

O leito de material de enchimento parcial usualmente compreende uma coluna. A sequência compreende fases de alimentação, eluição e reciclagem. Durante a fase de reciclagem, o líquido nos leitos de material de enchimento parcial com os seus perfis de sólidos secos, é reciclado num ciclo que compreende um, dois ou vários leitos de material de enchimento parcial.

Portanto, no novo método emprega-se a reciclagem de uma nova maneira. Na fase de reciclagem formam-se dois, três ou mesmo mais ciclos sucessivos separados. Por exemplo, sendo quatro o número de colunas, o ciclo compreende preferivelmente duas colunas. O ciclo pode ser fechado ou "aberto", i.e., quando o líquido é reciclado no outro ciclo, pode ser alimentado líquido eluente ao outro ciclo e a fracção de produto pode ser daí recuperada. Durante a alimentação e a eluição, o escoamento através dos leitos de material de enchimento pode ser realizado

entre ciclos sucessivos, transportando os escoamentos material de um ciclo para outro. Durante a fase de reciclagem, o ciclo é fechado e separado dos outros ciclos. É reciclado em cada ciclo um perfil de sólidos secos separado.

O produto ou os produtos podem compreender um resíduo e sacarose e/ou betaína.

Prefere-se que uma sequência que compreenda múltiplos passos seja repetida cinco a sete vezes de modo a atingir um equilíbrio no sistema, e esse método é continuado no estado de equilíbrio.

O melaço é rico em vários componentes corados (corantes) que eram difíceis de remover de modo completamente suficiente pelos métodos anteriores. Eram necessárias fases de remoção de corantes separadas, ou tinham que ser utilizada uma cristalização em dois passos, para obter um produto incolor. O novo método de acordo com a invenção proporciona ainda mesmo 90% ou mais remoção da cor apenas na fase de fraccionamento do melaço. A maior parte da cor é separada já no grupo de colunas do ciclo ao qual é fornecida a solução de alimentação, e não contaminará essencialmente os grupos de colunas do segundo (ou terceiro) ciclo. É conseguida a remoção contínua e estável da cor. Quando se empregam, por exemplo, um método descontínuo ou métodos de leito móvel simulado convencionais (contínuos ou sequenciais), a remoção da cor é normalmente de apenas 75-80% na separação contínua a longo prazo.

Também a separação de produtos que não açúcares, i.e. sais, é eficiente quando se utilizam os métodos da invenção, e assim, o teor de sacarose da fracção de açúcar obtida da separação pode ser muito elevado, usualmente, em casos vantajosos, superior a 92-95% nos sólidos secos. A maioria dos sais é separada já no grupo de colunas do ciclo ao qual é fornecida a solução de alimentação, e assim a exclusão iónica é mais completa nos ciclos seguintes. O resultado é um pico de sacarose superior, mais simétrico e mais estreito, por outras palavras, consegue-se uma melhor separação da sacarose. Quando se empregam, por exemplo, o método descontínuo ou métodos de leito móvel simulado convencionais (contínuos ou sequenciais), o teor de sacarose da fracção de açúcares é, em casos vantajosos, usualmente, de cerca de 90-92% ou inferior, nos sólidos secos.

Utiliza-se como enchimento das colunas uma resina de permuta catiónica, do tipo gel, fortemente ácida, (*e.g.* "Zerolit 225", "Finex" ou "Purolite"), preferivelmente na forma sódica ou potássica.

Antes do fraccionamento cromatográfico, a solução de alimentação (melaço de beterraba) é preferivelmente diluído com água para 20-65% ou mesmo 80% em peso, amaciada com carbonato de sódio e, finalmente, filtrada utilizando terra de diatomáceas como auxiliar de filtração. Antes da alimentação às colunas de separação, a solução de melaço é aquecida a 40-85°C ou mesmo a 95°C.

Utiliza-se preferivelmente água a 40-85°C ou mesmo a 95°C para a eluição.

O caudal do líquido nas colunas é de 0,5-10 $m^3/h/m^2$, ou mesmo 0,5-20 $m^3/h/m^2$.

Os exemplos que se seguem ilustram o novo método de leito móvel simulado sequencial para o fraccionamento de melaço.

Exemplo 1

Empregou-se uma instalação de teste cromatográfica à escala piloto. A instalação incluía quatro colunas, bombas de alimentação, bombas de reciclagem, bombas de água eluente, reguladores de escoamento e de pressão, e válvulas de entrada e de saída para as diferentes correntes do processo. O diagrama de fluxos é apresentado na Figura 1.

As colunas tem um enchimento de uma resina de permuta catiónica fortemente ácida ("Purolite"). A resina tinha um esqueleto de poliestireno/divinilbenzeno e foi activada com grupos ácido sulfónico; o tamanho médio das esférulas era de cerca de 0,36 mm. A resina tinha um teor de DVB de 5,5%. Inicialmente, a resina tinha sido regenerada para a forma sódica, e durante a operação foi equilibrada com catiões do melaço alimentado.

Condições de teste:

Diâmetro das colunas	200 mm
Altura da coluna/leito de resina	2800 mm
Temperatura	75°C
Caudal	40, 50, 70 e 90 l/h

A solução de alimentação consistia em melaço de beterraba do qual tinha sido removido o cálcio por adição de carbonato de sódio (pH 9) e filtração do precipitado utilizando terra de diatomáceas como auxiliar.

A separação da sacarose e da betaína foi realizada através de uma sequência de oito passos em que cada coluna tinha a sua função específica. Tal como apresentado na Figura 1, os passos 5, 6 e 7 compreendem, cada um, uma fase de reciclagem e uma fase de alimentação para a água eluente, e o passo 8 duas fases de reciclagem. A duração da sequência foi de 79 minutos e o rendimento de sacarose foi de 84,0% (relativamente à quantidade de sacarose alimentada).

Passo 1: Alimentou-se o melaço (fase de alimentação) à coluna 1 com um caudal de 50 l/h, e eluiu-se a fracção de resíduos da extremidade a jusante da coluna. Simultaneamente, forneceu-se água (fase de eluição) à coluna 2 com um caudal de 90 l/h, e eluíram-se uma fracção de reciclagem e sacarose da coluna 4. A referida fracção de reciclagem foi utilizada para diluir a matéria prima (melaço).

Passo 2: Continuou-se a alimentação de melaço na coluna 1 e a eluição do resíduo da extremidade a jusante da coluna 1. Simultaneamente, forneceu-se água às colunas 2 e 4 com um caudal de 90 l/h, eluiu-se a fracção de resíduo da coluna 3, e continuou-se a eluição da sacarose da coluna 4.

Passo 3: Alimentou-se água às colunas 1 (50 l/h) e 4 (90 l/h), e eluiu-se a fracção de resíduo das colunas 1 e 3.

Passo 4: Alimentou-se água à coluna 2 com um caudal de 90 l/h e eluiu-se a fracção de resíduo da coluna 3.

Passo 5: Reciclagem (fase de reciclagem) nas colunas 1 e 2 com um caudal de 90 l/h; simultaneamente, forneceu-se água à coluna 3 com um caudal de 70 l/h e eluiu-se a fracção de betaína da coluna 4.

Passo 6: Alimentou-se água à coluna 1 com um caudal de 90 l/h e eluiu-se a fracção de resíduo da coluna 2; simultaneamente, efectuou-se a reciclagem das colunas 3 e 4 com um caudal de 70 l/h.

Passo 7: Reciclagem nas colunas 1 e 2 com um caudal de 90 l/h.

Passo 8: Reciclagem nas colunas 1 e 2 com um caudal de 90 l/h e nas colunas 3 e 4 com um caudal de 40 l/h.

Após a sequência estar completa, continuou-se o programa de controlo do processo e este voltou ao passo 1. Repetindo esta sequência cinco a sete vezes, atingiu-se um equilíbrio no sistema. Continuou-se a operação num estado de equilíbrio, e recuperaram-se fracções de produto com uma composição constante e analisaram-se (*cf.* Tabelas 1 e 2).

Monitorizou-se o progresso do processo de separação com um medidor de densidade, um medidor para actividade óptica e um medidor de condutividade, e controlou-se a separação através de um microprocessador através do qual se controlaram volumes e caudais de alimentação, de líquido reciclado e de fracções de produto, definidos com precisão, empregando medição de quantidade/volume, válvulas e bombas.

A Tabela 1 apresenta os volumes das alimentações, líquido reciclado e fracções de produto, e a Tabela 2 apresenta as composições de melaço e as fracções de produto. Recuperaram-se as fracções de sacarose e de betaína da coluna 4. A Tabela 5 apresenta as cores do melaço, dos resíduos e das fracções de produto.

(Segue Tabela)

Tabela 1

Volumes de alimentações, líquido reciclado e fracções de produto (1)

	1	2	3	4	5	6	7	8
Alimentação de melaço	18*)		-	-	-	-	-	-
Alimentação de água	21	5,0+8,5	4,0+8,0	5,0	26,0	25,0	0	-
Fracção de refinado da coluna 1	18*)		4,0	-	-	-	-	-
Fracção de refinado da coluna 2, 3 ou 4	-	5,0	8,0	5,0	-	25,0	0	-
Fracção de betaína	-	-	-	-	26,0**)	-	-	-
Fracção de reciclado	7,5	-	-	-	-	-	-	-
Fracção de sacarose	13,5	8,5	-	-	-	-	-	-
Solução reciclada	-	-	-	-	26,0	20,0	26,0***)	-

*) Total dos passos 1 e 2

**) Total dos passos 4 e 5

***) Total dos passos 7 e 8

Tabela 2

Composições de alimentação e de fracções de produto

	Sólidos secos (kg/l)	Sacarose (% em peso em d.s.)	Betaína (% em peso em d.s.)	Outras substâncias (% em peso em d.s.)
Alimentação de melaço	0,76	58,2	5,6	36,2
fracção de resíduo	0,075	21,2	7,5	71,3
Fracção de betaína	0,028	10,1	41,4	48,5
Fracção de sacarose	0,279	94,8	0,7	4,5

Exemplo 2

Empregou-se uma instalação de teste cromatográfico à escala piloto. A instalação incluía três colunas, bombas de alimentação, bombas de reciclagem, bombas de água eluente, reguladores de escoamento e de pressão, e válvulas de entrada e de saída para as diferentes correntes do processo. O diagrama de fluxos é apresentado na Figura 2.

As colunas tinham um enchimento de uma resina de permuta catiónica fortemente ácida ("Purolite"). A resina tinha um esqueleto de poliestireno/divinilbenzeno e foi activada com grupos ácido sulfónico; o tamanho médio das esférulas era de cerca de 0,36 mm. A resina tinha um teor de DVB de 5,5%. Inicialmente, a resina tinha sido regenerada para a forma sódica, e durante a operação foi equilibrada com catiões do melaço alimentado.

Condições de teste:	
Diâmetro das colunas	200 mm
Altura do leito de resina:	
Colunas 1 e 3	4100 mm
Coluna 2	2800 mm
Temperatura	75°C
Caudais	25, 35, 45, 85 e 110 l/h

A solução de alimentação consistia em melaço de beterraba do qual tinha sido removido o cálcio por adição de carbonato de sódio (pH 9) e filtração do precipitado utilizando terra de diatomáceas como auxiliar.

A separação da sacarose e da betaína foi realizada através de uma sequência de cinco passos em que cada coluna tinha a sua função específica. Tal como apresentado na Figura 2, os passos 2 e 3 compreendem, cada um, uma fase de reciclagem e uma fase de alimentação para a água eluente, e o passo 5 duas fases de reciclagem. A duração da sequência foi de 100 minutos e o rendimento de sacarose foi de 87,3% (relativamente à quantidade de sacarose alimentada).

Passo 1: Alimentou-se o melaço à coluna 1 com um caudal de 45 l/h e eluiu-se o resíduo da mesma coluna (extremidade a jusante da coluna); simultaneamente, forneceu-se água à coluna 2, e eluíram-se uma fracção de reciclagem e uma fracção de sacarose da coluna 3 com um caudal de 85 l/h.

Passo 2: Alimentou-se água à coluna 2 com um caudal de 110 l/h, e eluiu-se a fracção de resíduo da coluna 1; simultaneamente, efectuou-se a reciclagem na coluna 3 com um caudal de 25 l/h.

Passo 3: Reciclagem nas colunas 1 e 2 com um caudal de 110 l/h; simultaneamente, forneceu-se água à coluna 3 com um caudal de 35 l/h e eluiu-se a fracção de betaína da mesma coluna.

Passo 4: Alimentou-se água à coluna 1 com um caudal de 110 l/h e à coluna 3 com um caudal de 35 l/h, e eluiu-se a fracção de resíduo das colunas 2 e 3.

Passo 5: Reciclagem nas colunas 1 e 2 com um caudal de 110 l/h e na coluna 3 com um caudal de 25 l/h.

Após a sequência estar completa, continuou-se o programa de controlo de processo e este voltou ao passo 1. Repetindo esta sequência cinco a sete vezes, atingiu-se um equilíbrio no sistema. Continuou-se a operação num estado de equilíbrio, e recuperaram-se fracções de produto com uma composição constante e analisaram-se.

A Tabela 3 apresenta os volumes das alimentações, solução reciclada e fracções de produto, e a Tabela 4 apresenta as composições do melaço e das fracções de produto. A Tabela 5 apresenta as cores do melaço, do resíduo e das fracções de produto.

Tabela 3

Volumes de alimentações, líquido reciclado e fracções de produto (1)

Passo nº:	1	2	3	4	5
Alimentação de melaço	18	-	-	-	-
Alimentação de água	33,3	5,0	13,0	34,0+10,0	-
Fracção de resíduo da coluna 1	18	5,0	-	-	-
Fracção de resíduo da coluna 2 ou 3	-	-	-	34,0+10,0	-
Fracção de betaína	-	-	13,0	-	-
Fracção de reciclado	7,3	-	-	-	-
Fracção de sacarose	26,0	-	-	-	-
Solução reciclada	-	6,0	26,0	-	44,0+5,0

Tabela 4

Composições de alimentação e de fracções de produto

	Sólidos secos (kg/l)	Sacarose (% em peso em d.s.)	Betaína (% em peso em d.s.)	Outras substâncias (% em peso em d.s.)
Alimentação de melaço	0,760	57,1	5,4	37,5
Fracção de resíduo	0,069	18,7	6,8	74,5
Fracção de betaína	0,048	5,3	47,5	47,2
Fracção de sacarose	0,264	89,4	1,0	9,6

Tabela 5

Cores do melaço e das fracções de produto

Exemplo 1	Cor ICUMSA	Resíduo 1	Resíduo 2	Resíduo 3
Melaço	47700			
Resíduo	115400	123600	151000	43324
Betaína	29900			
sacarose	2100			

Exemplo 2	Cor ICUMSA	Resíduo 1	Resíduo 2	Resíduo 3
Melaço	38250			
Resíduo	92500	136000	240600	25900
Betaína	21800			
sacarose	4300			

Exemplo 3

Empregou-se uma instalação de teste cromatográfico à escala piloto. A instalação incluía três colunas, bombas de alimentação, bombas de reciclagem, bombas de água eluente, reguladores de escoamento e de pressão, e válvulas de entrada e de saída para as diferentes correntes do processo. O diagrama de fluxos é apresentado na Figura 3.

As colunas tinham um enchimento de uma resina de permuta catiónica fortemente ácida ("Finex"). A resina tinha um esqueleto de poliestireno/divinilbenzeno e foi activada com grupos ácido sulfónico; o tamanho médio das esférulas era de cerca de 0,36 mm. A resina tinha um teor de DVB de 5,5%. Inicialmente, a resina tinha sido regenerada na forma sódica e, durante a operação foi equilibrada com catiões do melaço alimentado.

Condições de teste:	
Diâmetro das colunas	200 mm
Altura do leito de resina:	
Colunas 1, 2 e 3	5000 mm
Temperatura	75°C
Caudais	22, 35, 40, 45, 70 e 75 l/h

A solução de alimentação consistia em melaço de beterraba do qual tinha sido removido o cálcio por adição de carbonato de sódio (pH 9) e filtração do precipitado utilizando terra de diatomáceas como auxiliar.

A separação da sacarose e da betaína foi realizada através de uma sequência de cinco passos em que cada coluna tinha a sua função específica. Tal como apresentado na Figura 3, o passo 3 compreende uma fase de reciclagem e o passo 5 três fases de reciclagem. A duração da sequência foi de 111 minutos e o rendimento de sacarose foi de 81,9% (relativamente à quantidade de sacarose alimentada).

Passo 1: Alimentou-se o melaço à coluna 1 com um caudal de 35 l/h e eluíram-se as fracção de reciclagem e a fracção de sacarose da coluna 3.

Passo 2: Alimentou-se água à coluna 1 com um caudal de 70 l/h e eluíram-se as fracções de reciclagem da coluna 3.

Passo 3: Reciclagem na coluna 1 com um caudal de 70 l/h; simultaneamente, forneceu-se água à coluna 2 com um caudal de 40 l/h e eluiu-se a fracção de betaína da coluna 3.

Passo 4: Alimentou-se água às colunas 1, 2 e 3 com caudais de 70, 75 e 40 l/h, eluíram-se as fracções de resíduo das colunas 1, 2 e 3, e continuou-se a eluição da fracção de betaína da coluna 3.

Passo 5: Reciclagem nas colunas 1, 2 e 3 com caudais de 22, 75 e 45 l/h.

Após a sequência estar completa, continuou-se o programa de controlo de processo e este voltou ao passo 1. Repetindo a sequência cinco a sete vezes, atingiu-se um equilíbrio no sistema. Continuou-se a operação num estado de equilíbrio, e recuperaram-se fracções de produto com uma composição constante e analisaram-se.

A Tabela 6 apresenta os volumes das alimentações, soluções recicladas e fracções de produto, e a Tabela 7 apresenta as composições do melaço e as fracções de produto.

Tabela 6

Volumes de alimentações, líquido reciclado e fracções de produto (1)

Passo nº:	1	2	3	4	5
Alimentação de melaço	20				
Alimentação de água		20	10	20+26+20	
Fracção de resíduo					
da coluna 1				26	
da coluna 2				26	
da coluna 3				15	
Fracção de betaína			10	5	
Fracção de reciclado	9	4			
Fracção de sacarose	11	16			
Solução reciclada			8		11+12+11

Tabela 7

Composições de alimentação e de fracções de produto

	Sólidos secos (kg/l)	Sacarose (% em peso em d.s.)	Betaína (% em peso em d.s.)	Outras substâncias (% em peso em d.s.)
Alimentação de melaço	0,754	59,6	5,6	34,8
Fracção de resíduo	0,081	16,7	8,8	74,5
Fracção de betaína	0,071	45,9	22,9	31,2
Fracção de sacarose	0,252	92,7	0,7	6,6

Lisboa, 12. NOV. 2001

Por DANISCO FINLAND OY
- O AGENTE OFICIAL -

Eng.º ANTÓNIO JOÃO
DA CUNHA FERREIRA
Ag. Of. Pr. Ind.
Rua das Flores, 74 - 4.º
1200-195 LISBOA

REIVINDICAÇÕES

1. Método para o fraccionamento de melaço utilizando um sistema de leito móvel simulado em que o escoamento de líquido dentro das colunas é efectuado num único sentido num sistema compreendendo pelo menos dois leitos cromatográficos de enchimento parcial, em que o produto ou os produtos são recuperados durante uma sequência de múltiplos passos compreendendo as fases seguintes: fase de alimentação do melaço, fase de eluição e fase de reciclagem, caracterizado por o líquido presente nos leitos de material de enchimento parcial com os seus perfis de sólidos secos ser reciclado na fase de reciclagem em dois ou vários ciclos, compreendendo um, dois ou vários leitos de material de enchimento parcial.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por cada ciclo compreender um perfil completo de sólidos secos.

3. Método de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado por um passo compreender uma fase de alimentação de melaço e/ou ou uma ou mais fases de alimentação de um líquido eluente, e uma fase de recuperação de um produto ou produtos.

4. Método de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado por um passo compreender uma ou mais fases de reciclagem, e uma fase de alimentação para líquido eluente e uma fase de recuperação de produto.

5. Método de acordo com as reivindicações 1 a 4, caracterizado por o produto ou os produtos compreenderem um resíduo e sacarose e/ou betaína.

6. Método de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado por o um passo compreender duas ou mais fases de reciclagem.

7. Método de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado por uma sequência compreender cinco a dez passos.

8. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado por uma sequência compreendendo os referidos passos ser repetida cinco a sete vezes de modo a atingir um equilíbrio no sistema, e se continuar o método no estado de equilíbrio atingido.

9. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado por se empregar um sistema compreendendo três a doze, preferivelmente três a seis leitos cromatográficos de material de enchimento parcial.

10. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado por um leito de material de enchimento parcial ser uma coluna.

11. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado por se empregar uma resina de permuta catiónica fortemente ácida como material de enchimento para as referidas colunas.

12. Método de acordo com a reivindicação 11, caracterizado por a referida resina de permuta catiónica fortemente ácida estar na forma monovalente, preferivelmente na forma sódica ou potássica, ou na forma de uma mistura destas formas.

13. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado por o caudal do líquido nas colunas ser de 0,5-10 $m^3/h/m^2$, mesmo 20 $m^3/h/m^2$.

14. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado por a temperatura da solução de alimentação e da água eluente ser de cerca de 40-85°C, mesmo 95°C.

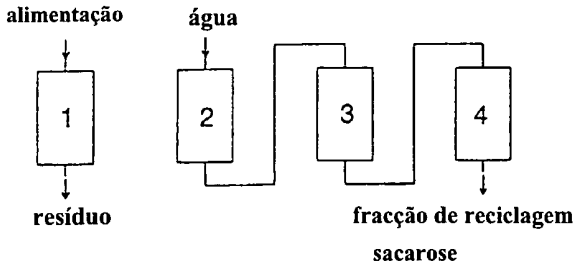
15. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado por o teor de sólidos secos da solução de alimentação ser de 20-65% em peso, mesmo 80% em peso.

Lisboa, 12 NOV. 2001

Por DANISCO FINLAND OY
- O AGENTE OFICIAL -

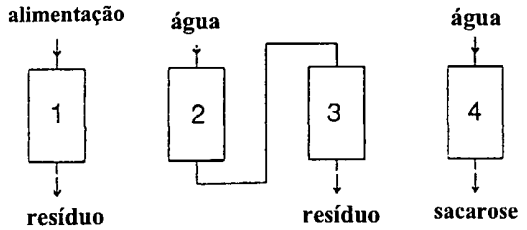
Eng.° ANTÓNIO JOÃO
DA CUNHA FERREIRA
Ag. Of. Pr. Ind.
Rua das Flores, 74-4.°
1200-195 LISBOA

FIG. 1



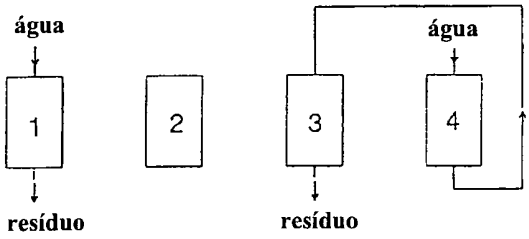
PASSO 1

alimentação	18 l	(50 l/h)
resíduo	18 l	(50 l/h)
fracção de reciclagem	7,5 l	(90 l/h)
sacarose	13,5 l	(90 l/h)



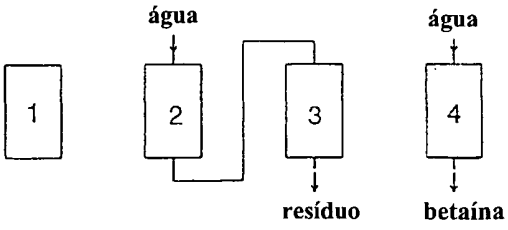
PASSO 2

resíduo (50 l/h)	(1)	(cont.)
resíduo (90 l/h)	(3)	5,0 l
sacarose (90 l/h)		8,5 l



PASSO 3

resíduo	(1)	4,0 l	(50 l/h)
resíduo	(3)	8,0 l	(90 l/h)



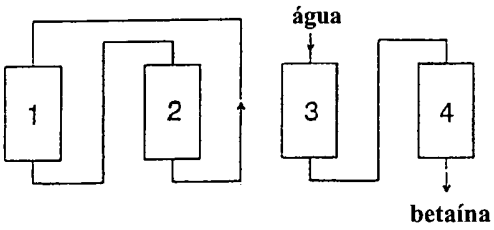
PASSO 4

resíduo	5,0 l	(90 l/h)
betaína	0 l	

cont.

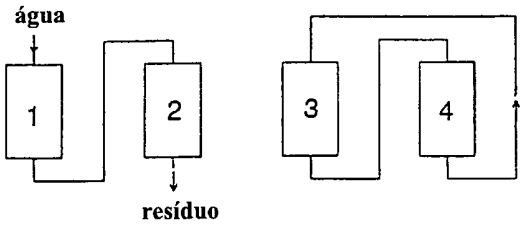
FIG. 1 (cont.)

Ciclo I Ciclo II



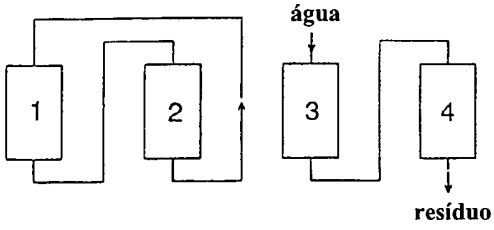
PASSO 5

recicl. (ciclo I) 26 l
(90 l/h)
betaína 26 l
(70 l/h)



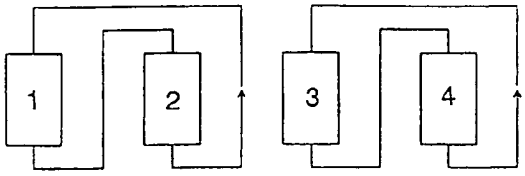
PASSO 6

resíduo 25 l
(90 l/h)
recicl. (ciclo II) 20 l
(70 l/h)



PASSO 7

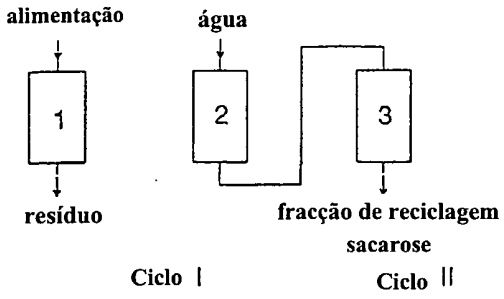
recicl. (ciclo I) 26 l
(90 l/h)
resíduo 0 l



PASSO 8

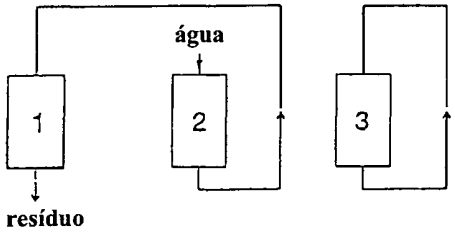
recicl. (ciclo I) **cont.**
(90 l/h)
recicl. (ciclo II) 6 l
(40 l/h)

FIG. 2



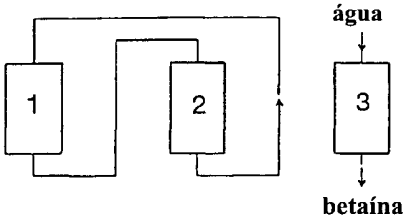
PASSO 1

alimentação	18 l	(45 l/h)
resíduo	18 l	(45 l/h)
fracção de reciclagem	7,3 l	(85 l/h)
sacarose	26 l	(85 l/h)



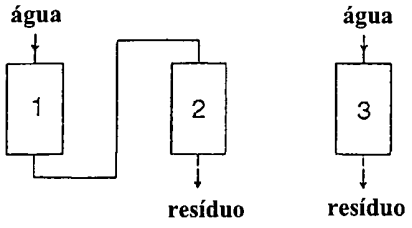
PASSO 2

resíduo (ciclo I) 5 l (110 l/h)
recicl. (ciclo II) 6 l (25 l/h)



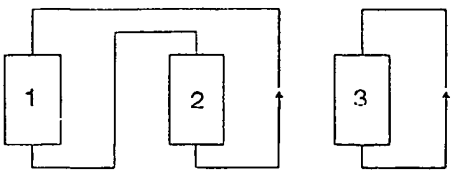
PASSO 3

recicl. (ciclo I) 26 l (110 l/h)
betaína 13 l (35 l/h)



PASSO 4

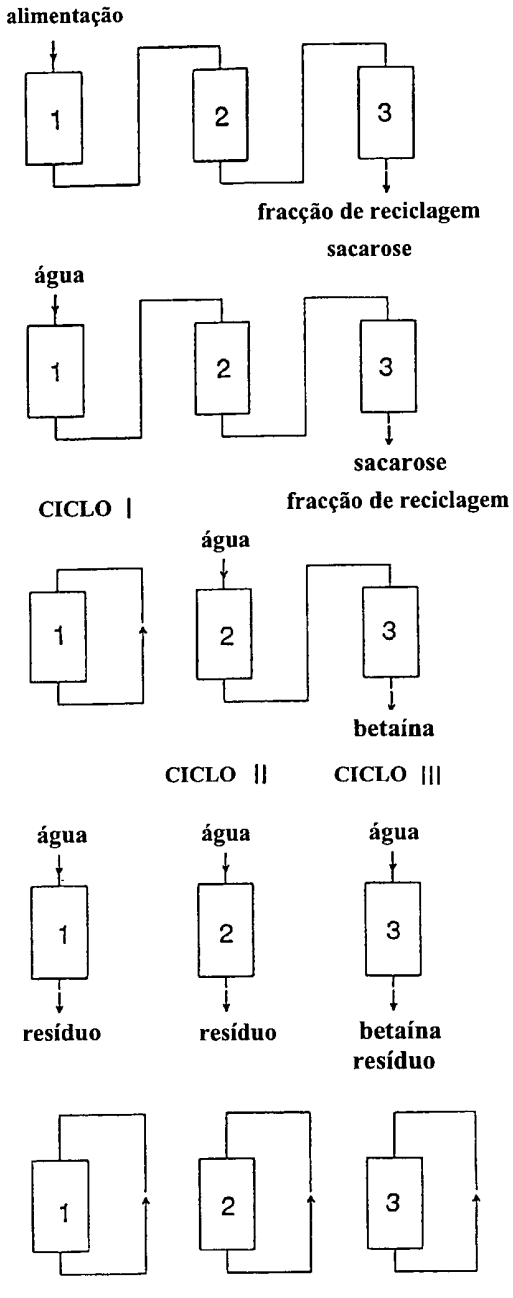
resíduo (ciclo I) 34 l (110 l/h)
resíduo (ciclo I) 10 l



PASSO 5

recicl. (ciclo I) 44 l (110 l/h)
recicl. (ciclo II) 5 l (25 l/h)

FIG. 3



PASSO 1

alimentação	20 l	(35 l/h)
fracção de reciclagem	9 l	(35 l/h)
sacarose	11 l	(35 l/h)

PASSO 2

sacarose	16 l	(70 l/h)
fracção de reciclagem	4 l	(70 l/h)

PASSO 3

recicl. (ciclo I) (70 l/h)	8 l
betaína (40 l/h)	10 l

PASSO 4

1. resíduo	26 l	(70 l/h)
2. resíduo	26 l	(75 l/h)
betaína	5 l	(40 l/h)
3. resíduo	15 l	(40 l/h)

PASSO 5

recicl. (ciclo I) (22 l/h)	11 l
recicl. (ciclo II) (75 l/h)	12 l
recicl. (ciclo III) (70 l/h)	11 l