



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1007829-0 B1



(22) Data do Depósito: 24/02/2010

(45) Data de Concessão: 20/10/2020

(54) Título: PROCESSO PARA FRACIONAMENTO DE UMA SOLUÇÃO CONTENDO PELO MENOS UM COMPONENTE SELECIONADO DENTRE AÇÚCARES, ÁLCOOIS DE AÇÚCAR, ÁCIDOS DE AÇÚCAR E BETAÍNA EM UM SISTEMA DE SEPARAÇÃO CROMATOGRÁFICA, QUE COMPREENDE UMA OU MAIS COLUNAS CONTENDO UM OU MAIS LEITOS ACONDICIONADOS PARCIAIS

(51) Int.Cl.: B01D 15/10; B01D 15/18; C13B 20/14.

(30) Prioridade Unionista: 25/02/2009 US 61/155,261.

(73) Titular(es): DUPONT NUTRITION BIOSCIENCES APS.

(72) Inventor(es): JYRKI AIRAKSINEN; HEIKKI HEIKKILÄ; JARI LEWANDOWSKI; KARI LAIHO; PÄIVI SARMALA.

(86) Pedido PCT: PCT FI2010050126 de 24/02/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/097510 de 02/09/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 24/08/2011

(57) Resumo: PROCESSO DE SEPARAÇÃO. A presente invenção refere-se a um processo de separação cromatográfica para fracionamento de soluções contendo açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar e/ ou betaína por utilização de frações compreendendo partes do perfil de separação como um substituído do eluentes em uma maneira nova e inventiva. As soluções de partida são tipicamente extratos à base de planta multicomponentes e hidrolisados, vinhança, e produtos de fermentação e derivados dos mesmo. O processo proporciona capacidade aperfeiçoada de separação e eficiência de separação sem afetar a produção ou pureza de componentes de produto, tais como açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar, e betaína. O processo pode especialmente ser aplicado à sistema de separação de SMB sequenciais.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA FRACIONAMENTO DE UMA SOLUÇÃO CONTENDO PELO MENOS UM COMPONENTE SELECIONADO DENTRE AÇÚCARES, ÁLCOOIS DE AÇÚCAR, ÁCIDOS DE AÇÚCAR E BETAÍNA EM UM SISTEMA DE SEPARAÇÃO CROMATOGRÁFICA, QUE COMPREENDE UMA OU MAIS COLUNAS CONTENDO UM OU MAIS LEITOS ACONDICIONADOS PARCIAIS".**

Campo da Invenção

[0001] A presente invenção refere-se ao campo de separação cromatográfica e especialmente a fracionamento cromatográfico de soluções contendo açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar, e betaína, por métodos de batelada e de leito de movimento estimulado. As soluções são tipicamente extrato à base de plantas multicomponentes, e hidrolisados e derivados dos mesmos. O processo da invenção objetiva o aperfeiçoamento da eficiência de separação do sistema de separação pela introdução de frações compreendendo partes do perfil de separação de volta no sistema de separação em uma nova maneira inventiva para diminuir o volume do eluente fresco enquanto essencialmente mantém ou ainda aperfeiçoa o rendimento e/ou pureza dos produtos.

Antecedentes da Invenção

[0002] Os sistemas de separação cromatográfica para separação de componentes valiosos, tais como açúcares e betaína, de extrato à base de plantas e hidrolisados, e derivados dos mesmos, por exemplo, licores de gado de sulfitos, melaço, vinhoto e hidrolisados de amido, foram desenvolvidos nos anos recentes para aperfeiçoar a capacidade de separação e a eficiência de separação dos sistemas. Contudo, os sistemas de separação cromatográfica, especialmente sistemas de batelada e também SMB, têm o problema que a proporção de eluente para alimentação tem sido convencionalmente preferivelmente mais

alta devido à natureza muito complexa dos sistemas. Vários arranjos para circulação de frações do eluído de volta ao sistema de separação estão já em uso nos sistemas de batelada e de SMB cromatográficos.

[0003] A Patente dos Estados Unidos 4.109.075 (CPC International inc.) descreve um processo para separação de sacarídeos, por exemplo, de um produto de conversão de amido por um método de cromatografia em batelada, em que pelo menos três frações de sacarificação diferentes com peso molecular diferente são coletadas. A primeira fração de sacarídeo (a fração de peso molecular mais alta) é, em seguida, usada para eluição da próxima alimentação, seguido por eluição com água. É recitado que este modo de operação minimiza a quantidade de água eluente e produz frações ricas em qualquer um de sacarídeos inferiores DP₁ a DP₄.

[0004] A Patente dos Estados Unidos 4 267 054 (Sanmatsu Kogyo Co.) descreve um processo de separação cromatográfica de batelada para separação de dois componentes (tais como glicose e frutose) de uma mistura de multicomponente, onde o eluído que vem da coluna de separação é coletado em quatro frações (a), b), (c) e (d).

[0005] As frações (a) e (c) são frações de produto, a fração (b) é uma fração misturada contendo quantidades relativamente grandes dos produtos-alvo, e a fração (d) compreende uma fração de diluto da parte final da fração (c) e a parte principal da fração (a) usada no próximo ciclo de operação. As frações (b) e (d) são retornadas para o sistema de separação pela introdução das mesmas no topo da coluna de separação.

[0006] A Patente dos Estados Unidos 4 402 832 (UOP Inc.) descreve um processo para separação de um componente de extrato (tal como frutose) de um componente de refinado (tal como glicose) em um sistema cromatográfico de SMB, onde uma fração de extrato de diluto e uma fração de refinado impura são retornadas para a mesma

coluna da qual elas são coletadas. É recitado que o processo proporciona economias consideráveis na energia requerida para recuperar o eluente a partir das correntes de produto, conforme comparado aos processos da técnica anterior. Além disso, é recitado que uma taxa reduzida de circulação de fluido através de unidades de separação é alcançada, que capacita acondicionamento mais denso das colunas. Isto, por sua vez, é citado para minimizar a canalização através do leito adsorvente e para minimizar volume de vazão.

[0007] A Patente dos Estados Unidos 4 487 198 (Hayashibara) descreve um processo de batelada cromatográfico de estágio duplo para separação de maltose de soluções de amido de açúcar, onde o eluído proveniente da coluna de separação no primeiro estágio é coletado em cinco frações A, B, C, D e E. A fração A é uma fração de dextrina, a fração C é uma fração de maltose e a fração E é uma fração de glicose. A fração B é uma fração de inclinação traseira contendo dextrina com impurezas de maltose, e a fração D é uma fração de inclinação frontal contendo maltose com impurezas de glicose. No próximo estágio, as frações B e D estão sequencialmente nesta ordem aplicada à coluna de separação junto com uma alimentação fresca de modo que a fração B é introduzida antes da alimentação e a fração D após a alimentação.

[0008] A Patente dos Estados Unidos 6 200 390 (Amalgamated Research Inc.) descreve um processo de SMB contínuo cromatográfico para recuperação de betaína e açúcares a partir de melaço, por exemplo. Neste processo, um "bloco" de betaína é deslocado a partir do circuito fechado de circulação do sistema de SMB sem efetuar distúrbio na operação normal do sistema. Na prática, uma fração concentrada com betaína é retirada a partir do circuito fechado de circulação do sistema de SMB contínuo, enquanto um volume igual de água é introduzido no circuito fechado de circulação. O circuito fechado de

circulação, em seguida, continua sem rompimento.

[0009] A Patente dos Estados Unidos 6 602 420 (Amalgamated Research Inc.) descreve um processo de separação cromatográfica de duas etapas com circuito fechado acoplado, incluindo uma operação de leito de movimento simulado acoplada com cromatografia de deslocamento contínuo (SMB contínuo). O processo pode ser aplicado à recuperação de betaína e/ou açúcar de inversão a partir de soluções de sacarose, tal como melaço, para capacitar a produção subsequente de um produto de sacarose de alta pureza. É citado que o uso de deslocamento preferivelmente do que eluição proporciona redução na quantidade do eluente. É citado que sistema de melaço típico do sistema de separação cromatográfica usa proporções de cerca de 6,0 a 8,0 de volume de água para cada volume de melaço de alimentação (60% de sólidos dissolvidos na alimentação), pelo que a aplicação de cromatografia de deslocamento permite que compostos orgânicos (tal como betaína) sejam separados com proporções de água-para-alimentação de 2,0 ou menos. Além disso, a concentração da fração de betaína é citada para elevar-se de uma faixa típica de 1 a 5% de sólidos dissolvidos a uma faixa de 8 a 15% de sólidos dissolvidos.

[00010] A Patente dos Estados Unidos 5 127 957 (Danisco) descreve um método de SMB cromatográfico sequencial tendo pelo menos três colunas para separação de betaína, sacarose e melaço restante de melaço durante o mesmo ciclo (um circuito fechado). Em uma concretização do processo, uma nova porção de solução de alimentação é adicionada à série de coluna entre melaço restante parcialmente separado e frações de sacarose para o topo de uma coluna pré-selecionada.

[00011] A Patente dos Estados Unidos 6 093 326 (Danisco) descreve um método de SMB de dois circuitos fechados cromatográfico compreendendo pelo menos dois leitos de material de acondicionamento

para processamento de uma solução à base de beterraba para recuperar uma fração de betaína e uma fração de sacarose. Além de melaço de beterraba, a solução de melaço pode ser, por exemplo, melaço de cana, vinhaça, melaço de madeira de vinhoto, melaço de trigo, melaço de cevada ou melaço de milho.

[00012] A Patente dos Estados Unidos 6 896 811 B2 (Danisco) descreve um método de SMB cromatográfico para fracionamento de uma solução em pelo menos duas frações por circulação do perfil de separação formado mais do que uma vez ou menos do que uma vez através do circuito fechado de separação cromatográfico durante um ciclo (antes da próxima alimentação ser suprida ao sistema de separação). O método pode ser aplicado, por exemplo, à separação de xilose a partir do licor de cozimento de sulfito, sacarose e betaína de melaço de beterraba, frutose de um xarope contendo frutose e maltose de um xarope contendo maltose.

[00013] A Patente dos Estados Unidos 5 637 225 descreve um método de separação xilose a partir de um licor de cozimento de sulfito por um sistema de SMB sequencial cromatográfico compreendendo pelo menos dois leitos de material de acondicionamento seccional cromatográfico. O licor a ser separado é reciclado em uma fase de reciclagem em um ou mais circuitos fechados compreendendo um ou mais leitos de material de acondicionamento seccionais.

[00014] A Patente dos Estados Unidos 6 572 775 descreve um método de fracionamento de uma solução em duas ou mais frações por um processo de leito de movimento simulado cromatográfico, em que a separação compreende pelo menos dois perfis de separação no mesmo circuito fechado. O método pode ser aplicado à separação de betaína e sacarose de melaço, betaína de vinhoto, glicose e frutose de uma mistura de glicose/frutose, e xilitol de uma produção de xilitol, por exemplo.

[00015] Depreende-se a partir da técnica anterior descrita acima que é conhecido retornar frações compreendendo partes diferentes do perfil de separação de volta às colunas de separação. Também depreende-se que os arranjos conhecidos proporcionam redução das quantidades do eluente, economias na energia requerida para recuperar o eluente a partir das correntes de produto, bem como purezas mais altas de frações de componente-alvo. Contudo, uma necessidade ainda existe para um processo de separação mais versátil, onde partes do perfil de separação contendo componentes de movimento rápido e lento diferentes são introduzidas de volta em posições diferentes do sistema de separação como um eluente substituto para reduzir custos de concentração adicionais e para capacitar a recuperação dos componentes em frações-alvo desejadas, enquanto essencialmente mantém ou ainda aperfeiçoa a produção e pureza dos componentes de produto.

Definições Relacionadas à Invenção

[00016] "Uma fração de produto" é uma fração retirada do processo de separação cromatográfica e compreendendo componentes de produto. Podem existir uma ou mais frações de produto.

[00017] "Uma fração de resíduo" ou "uma fração residual" é uma fração que principalmente contém componentes diferentes dos componentes de produto, que são recuperados. Referidos outros componentes são tipicamente selecionados de sais, ácidos orgânicos e ácidos inorgânicos, e sais dos mesmos, por exemplo, ácido acético, ácido xilônico, aminoácidos, compostos de coloração, glicerol, lignossulfonatos, oligossacarídeos, etc., dependendo do material de partida, bem como açúcares, alcoóis de açúcar e ácidos de açúcar diferentes dos açúcares de produto, alcoóis de açúcar e ácidos de açúcar.

[00018] Podem existir uma ou mais frações de resíduo. Os componentes da fração residual (diferentes dos componentes de produto) são também referidos como "componentes residuais". A natureza dos

componentes residuais depende do material de partida. Por exemplo, na separação de açúcares, alcoóis de açúcar e ácidos de açúcar de hidrolisados à base de planta, tais como licor de gasto de sulfito, os componentes residuais da fração de resíduo compreendem principalmente lignossulfonatos, oligossacarídeos, sais, ácidos orgânicos (por exemplo, ácido xilônico), e ácidos inorgânicos, etc. Na separação de frutose de misturas de glicose e frutose, tais como sacarose invertida e glicose isomerizada, os componentes residuais da fração residual principalmente contém, por exemplo, dissacarídeos e glicose. Na separação de betaína de soluções à base de beterraba sacarina, tais como melaço ou vinhoto, os componentes residuais da fração residual compreendem principalmente sais, compostos de coloração, ácidos orgânicos, aminoácidos, glicerol, mono-, di- e trissacarídeos, etc. Na separação de maltose de hidrolisados de amido, os componentes residuais da fração residual são principalmente compostos de glicose, maltotriose, e malto-oligossacarídeos mais altos.

[00019] "Uma fração de reciclagem" é uma fração que contém compostos de produto incompletamente separados, que tem uma pureza mais baixa ou é mais diluída do que as frações de produto e que é reciclada de volta para a separação a ser combinada com a alimentação. A fração de reciclagem é tipicamente usada como diluente da alimentação. Podem existir ainda uma ou mais operações antes do retorno do reciclagem para a(s) coluna(s); por exemplo, a(s) fração(ões) de reciclagem pode(m) ser concentrada(s) por evaporação. Podem existir uma ou mais frações de reciclagem.

[00020] "Uma sequência" ou "uma sequência de separação" é uma sequência de etapas predeterminada que são continuamente repetidas em um processo de separação cromatográfica sequencial, compreendendo todas as etapas que são requeridas para facilitar a separação de componentes de alimentação para fração (ões) de produto e outras

frações. Uma sequência pode incluir um ou mais ciclos. Se uma nova sequência é iniciada a partir da mesma localização conforme a sequência prévia, o ciclo é igual à sequência.

[00021] "Uma etapa" compreende uma ou mais de uma fase de alimentação, uma fase de eluição, e uma fase de circulação.

[00022] Durante a fase de alimentação, uma solução de alimentação é introduzida no leito acondicionado parcial predeterminado. Durante a fase de alimentação, e/ou uma ou mais outras fases, uma ou mais frações de produto e uma ou mais frações residuais podem ser retiradas.

[00023] Durante a fase de eluição, um eluente é alimentado em leitos acondicionados parciais predeterminados.

[00024] Durante a fase de circulação, essencialmente nenhuma solução ou eluente de alimentação é suprido aos leitos acondicionados parciais e nenhum produto é retirado. "SMB" refere-se a sistema de leito de movimento simulado.

[00025] Em um sistema de SMB contínuo, todas as correntes de fluido escoam continuamente. Estas correntes são: o suprimento de uma solução de alimentação e um eluente, circulação do perfil de separação, e retirada dos produtos.

[00026] Em um sistema de SMB sequencial, nem todas as correntes de fluido (definidas acima) escoam continuamente.

[00027] "Uma alimentação" é uma quantidade de solução de alimentação introduzida na coluna de separação durante uma sequência.

[00028] "Um subperfil" é um perfil de concentração de um componente, também denominado como o pico de componente.

[00029] "Um perfil de separação" refere-se a um perfil de sólidos secos formados a partir das substâncias dissolvidas (DS) presentes na alimentação na conta da alimentação de eluente e solução de alimentação e o fluxo através do leito de material de acondicionamento em

uma coluna de separação, obtidos por efetuação/repetição da sequência de separação.

[00030] "Uma parte do perfil de separação" (igual a "parte" ou "PARTE") refere-se a qualquer seção do perfil de separação que contém líquido e componentes nesta seção e que é usada como substituição de eluente.

[00031] "Uma fase de alimentação de parte" refere-se à introdução da parte no sistema de separação como uma substituição de eluente.

[00032] "Um pico" é a parte do cromatograma onde a resposta do detector é causada por um componente.

[00033] "Um volume de retenção" (R_t) é o volume da fase móvel requerida para eluir um componente ou um certo ponto do perfil de separação através de um leito de resina. O volume de retenção de um componente pode ser expresso como % do volume de leito de resina. Em conjunto com a presente invenção, um volume de retenção especialmente se refere ao volume requerido para eluir o início de uma fração de componente de produto (tais como uma fração de produto de xilose, frutose, betaína ou maltose) através da coluna.

[00034] "Extremidade" refere-se ao fenômeno no qual o pico de Gaussian normal tem um fator de assimetria >1 . A extremidade é mais frequentemente causada pelos locais no acondicionamento que têm uma retenção mais forte do que a normal para o soluto.

[00035] "Um vazio" ou "volume de vazio" em conjunto com a presente invenção refere-se ao volume requerido para eluir o início do pico de condutividade (sais) através da coluna.

[00036] "BV" refere-se ao volume de leito de resina de colunas, leitos acondicionados parciais ou um sistema de separação.

[00037] "Ampliação de pico" refere-se à dispersão de um pico cromatográfico (perfil de separação) à medida que ele se move através da coluna.

[00038] "Volume de etapas" (V) refere-se ao volume da fase móvel (incluindo a alimentação, eluente e circulação), que move um componente, um perfil de separação ou partes dos mesmos através da(s) coluna(s) de separação de uma etapa predeterminada em uma sequência de separação para outra etapa predeterminada na mesma ou seguintes sequências. O volume de etapas é calculado etapa por etapa pela soma dos volumes da fase móvel transferida em cada etapa (o volume introduzido nas colunas em cada etapa durante a alimentação, eluição e/ou fases de circulação).

[00039] "Uma posição de introdução de eluente" refere-se a qualquer localização no sistema cromatográfico onde eluente pode ser introduzido.

[00040] "DS" refere-se ao teor de substância seca dissolvida. Igual a "teor de sólidos dissolvidos".

[00041] "Pureza de um componente" refere-se ao teor do componente em DS.

[00042] "Capacidade de separação" refere-se à quantidade de um produto (kg de sólidos secos) /volume de resina de separação (m³)/hora (h). Reciclagem não é incluída.

[00043] "A proporção de W/F" refere-se à proporção do volume de água eluente para o volume da alimentação.

Breve Descrição da Invenção

[00044] A presente invenção proporciona um processo para fracionamento de soluções contendo açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar e/ou betaína em um sistema de separação cromatográfica pelo uso de partes do perfil de separação a partir da separação como um substituto para o eluente. É também essencial que referidas partes com seus componentes sejam direcionadas para uma posição correta em uma etapa correta no sistema de separação de modo que os componentes contidos nestas terminem nas frações adequadas enquanto

essencialmente mantém ou ainda aperfeiçoa a pureza das frações de produto, a produção dos componentes de produto e a capacidade de separação. Os objetivos da invenção são alcançados por um processo que é caracterizado pelo o que é citado nas reivindicações independentes. As concretizações preferidas da invenção são descritas nas reivindicações dependentes.

[00045] Foi surpreendentemente verificado que referidas partes como um substituto para o eluente e contendo componentes que se movem mais rápido diferentes e/ou que se movem mais lentamente não causam distúrbio na eficiência de separação do sistema de separação. Além disso, o volume de eluente fresco pode ser reduzido, por exemplo, em uma quantidade de 10% a 70% daquele usado na técnica anterior. O processo também proporciona teores de sólidos mais altos da(s) fração (ões) a ser(em) retirada(s), que conduz a um requerimento de energia reduzido em estágios de concentração subsequentes. A necessidade de evaporação para a concentração de frações de resíduo, por exemplo, pode ser reduzida por uma quantidade de 5 a 50%, ou ainda mais.

Breve Descrição dos Desenhos

[00046] A figura 1 mostra o perfil de separação da coluna 5 do sistema de separação de cinco colunas do exemplo 3 relacionado a separação de xilose de licor de gasto de sulfito Mg^{2+} .

Descrição Detalhada da Invenção

[00047] A presente invenção refere-se a um processo para fracionamento de uma solução contendo pelo menos um componente selecionado de açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar e betaína, em um sistema de separação cromatográfica, que compreende uma ou mais colunas contendo uma ou mais leitos acondicionados parciais, compreendendo alimentar a solução no sistema de separação, introduzir um eluente no sistema de separação para eluir componentes da

solução para formar um perfil de separação, e recuperar uma ou mais frações de produto enriquecidas em um componente de produto selecionado de açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar e betaína, uma ou mais frações residuais, e, opcionalmente, uma ou mais frações de reciclagem. O processo da presente invenção é caracterizado por introdução de uma ou mais partes do perfil de separação em uma ou mais posições de introdução de eluente do sistema de separação em uma ou mais fases de alimentação de parte para substituir a porção do eluente, referidas partes compreendendo um ou mais componentes selecionados de componentes de produto e componentes residuais, movendo-se referidas partes com seus componentes para frente no sistema de separação usando-se a sequência de etapas, cujas etapas compreendem uma ou mais de uma fase de alimentação, uma fase de circulação, e uma fase de eluição, e retirando-se os componentes de referidas partes durante a mesma ou as seguintes sequências de separação em uma ou mais frações residuais e/ou em uma ou mais frações de reciclagem e/ou em uma ou mais frações de produto, pelo que o volume, posição de introdução e etapa de introdução de referidas partes são determinadas na base dos volumes de retenção dos componentes de referidas partes, o volume do leito de resina através do qual os componentes das partes passam e o volume das etapas que movem os componentes das partes a partir da posição de introdução para a posição de retirada-alvo calculada dos componentes durante a referida mesma ou seguintes sequências de separação, enquanto essencialmente mantém ou aperfeiçoa a pureza da(s) fração(ões) de produto e a produção dos componentes de produto.

[00048] O sistema de separação cromatográfica da presente invenção compreende uma ou mais colunas de separação contendo um ou mais leitos acondicionados parciais. Os leitos acondicionados parciais são compostos de uma resina de separação cromatográfica, que for-

ma o leito de resina do sistema. As colunas/leitos acondicionados parciais podem formar um ou mais circuitos fechados. Durante o processo de separação, as substâncias dissolvidas presentes na alimentação, juntas com o eluente, são movidas para frente e separadas nos leitos acondicionados parciais da(s) coluna(s) de separação, resultando na formação de um perfil de separação. Uma ou mais frações de produto, uma ou mais frações residuais e também geralmente uma ou mais frações de reciclagem são recuperadas.

[00049] No processo da presente invenção, uma ou mais partes do perfil de separação assim formadas são introduzidas na uma ou mais posições de introdução de eluente em uma ou mais fases de alimentação de parte para substituir uma porção do eluente. Referidas partes podem ser introduzidas para substituir o eluente no começo, no meio ou no final de uma fase de eluição.

[00050] Na seguinte descrição da invenção, para a proposta de conveniência, a referida uma ou mais partes do perfil de separação são também referidas como "partes do perfil de separação" ou "partes".

[00051] As referidas partes podem ser introduzidas em qualquer coluna ou qualquer parte de uma coluna onde um eluente é introduzido.

[00052] No processo da invenção, os componentes de produto podem ser selecionados de açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar, e betaína.

[00053] Os açúcares podem ser selecionados de xilose, frutose, glicose, manose, arabinose, galactose, ramnose, fucose, sacarose, maltose, levoglucosan, ribose, isomaltulose, tagatose, trealose, trealulose, e psicose.

[00054] Em conjunto com a presente invenção, açúcares também compreendem compostos oligoméricos, tais como malto-oligossacarídeos, fruto-oligossacarídeos, e polidextrose.

[00055] Os alcoóis de açúcar podem ser selecionados de xilitol,

manitol, sorbitol, inositol, maltitol, isomalt, e eritritol.

[00056] Os ácidos de açúcar podem ser selecionados de hidroxí ácidos, ácidos carboxílicos, tais como ácidos aldônicos, por exemplo, ácido xilônico, ácido glucônico, e ácido itacônico, e ácidos urônicos, tais como ácido glucurônico e ácido galacturônico, por exemplo.

[00057] Os componentes especialmente preferidos de produto em conjunto com a presente invenção são xilose, frutose, maltose e betaína.

[00058] Os componentes residuais são tipicamente selecionados de sais, ácidos orgânicos, por exemplo, ácido acético, e ácidos inorgânicos e sais dos mesmos, por exemplo, ácido sulfúrico e ácido sulfuroso, aminoácidos, compostos de coloração, glicerol, lignossulfonatos, oligossacarídeos, etc., dependendo do material de partida, bem como açúcares, alcoóis de açúcar e ácidos de açúcar diferentes dos açúcares produtos, alcoóis de açúcar, e ácidos de açúcar.

[00059] Por exemplo, na separação de açúcares, alcoóis de açúcar, e ácidos de açúcar de hidrolisados à base de planta, tal como licor de gasto de sulfito, os componentes residuais compreendem principalmente lignossulfonatos, oligossacarídeos, sais, ácidos orgânicos (por exemplo, ácido xilônico), e ácidos inorgânicos (por exemplo, ácido acético), etc. Na separação de frutose de misturas de glicose e frutose, tais como sacarose invertida e glicose isomerizada, os componentes residuais compreendem principalmente, por exemplo, dissacarídeos e glicose. Na separação de betaína de soluções à base de beterraba sacarina, tais como melaço e vinhoto os componentes residuais compreendem principalmente sais, compostos de coloração, ácidos orgânicos, aminoácidos, glicerol, e mono-, di- e trissacarídeos, etc. Na separação de melaço de cana, os componentes residuais compreendem principalmente sais, compostos de coloração, mono-, di- e trissacarídeos. Na separação de maltose de hidrolisado de amidos, os componentes residuais compreendem principalmente oligômeros, glicose, e

maltotriose.

[00060] Os materiais de partida contendo um ou mais componentes de produto selecionados de açúcares, alcoóis de açúcar, ácidos de açúcar e betaína, são tipicamente extratos à base de plantas multi-componentes e hidrolisados ou derivados dos mesmos. Licor de gasto de sulfito, hidrolisado de amido, e soluções à base de beterraba sacarina, tais como melaço, vinhaçase produtos de fermentação dos mesmos, tais como vinhoto, podem ser mencionados como exemplos de materiais de partida adequados.

[00061] Uma concretização da invenção compreende a separação de açúcares, alcoóis de açúcar, e ácidos de açúcar de hidrolisados à base de planta, extrato à base de plantas e derivados dos mesmos. Os hidrolisados à base de planta podem ser obtidos de material vegetal, incluindo material de madeira de várias espécies de madeira, particularmente madeira dura, tais como, vidoeiro, álamo tremedor e faia, bordo, eucalipto, várias partes de grão (tais como palha, especialmente palha de trigo, cascas, particularmente cascas de milho e de cevada e espigas de milho e fibras de milho), bagaço, cascas de coco, peles de semente de algodão, cascas de amêndoa, etc. Os extratos à base de planta podem ser, por exemplo, extratos de água, vapor, alcalinos ou de álcool das plantas descritas acima. Os derivados de hidrolisados à base de planta e extratos podem ser produtos pós-tratados diferentes, tais como produtos de evaporação dos mesmos ou frações de processos de membrana.

[00062] Em uma concretização específica da invenção, o hidrolisado à base de planta para a separação de açúcares, alcoóis de açúcar, e ácidos de açúcar, tais como xilose, é um licor gasto obtido de um processo de polpação. Um licor gasto típico útil na presente invenção é um licor de polpação de sulfito gasto, que é preferivelmente obtido de polpação de sulfito ácido. Um exemplo de um hidrolisado útil é um

pré-hidrolisado de polpação de sulfato.

[00063] Em uma concretização adicionalmente específica, xilose é separada de produção de xilose a partir da cristalização de xilose. Em um exemplo adicionalmente específico da invenção, xilitol é separado de uma produção de xilitol após hidrogenação de xilose e cristalização de xilitol.

[00064] Em uma concretização adicionalmente específica, xilitol ou eritritol é separado de caldos de fermentação.

[00065] Outra concretização da invenção compreende a separação de frutose de misturas de glicose e frutose, tais como soluções de sacarose invertida, soluções de glicose isomerizada e misturas das mesmas, bem como produções obtidas de cristalização de frutose.

[00066] Uma concretização adicional da invenção compreende a separação de maltose a partir de hidrolisados de amido, tais como xaropes de maltose. Uma concretização ainda adicional da invenção compreende a separação de maltitol de um xarope de maltitol após hidrogenação de maltose.

[00067] Uma concretização ainda adicional da invenção compreende a separação de betaína a partir de uma solução à base de beterraba sacarina, tais como melaço e vinhoto.

[00068] Referidas partes do perfil de separação usadas como uma substituição de eluente no processo da invenção podem compreender um ou mais componentes selecionados de componentes de produto e componentes residuais.

[00069] Referidas partes podem conter componentes de movimento rápido e/ou componentes de movimento lento. Sais, ácidos orgânicos, e ácidos inorgânicos representam um exemplo de componentes de movimento rápido.

[00070] Referidas partes podem ser de inclinações frontal e/ou traseira dos subperfis dos componentes de produto ou componentes re-

siduais. Referidas partes são tipicamente porções de inclinação frontal e/ou traseira de um subperfil dos componentes de produto, e uma ou mais porções de inclinação frontal diferentes de um subperfil residual.

[00071] No processo da presente invenção, referidas partes com seus componentes são movidas para frente no sistema de separação pelo uso de uma sequência de etapas, cujas etapas compreendem uma ou mais de uma fase de alimentação, uma fase de circulação e uma fase de eluição.

[00072] No sistema de separação sequencial, várias de referidas partes que se originam de partes do perfil de separação diferentes podem ser usadas como um eluente durante uma sequência. O número de referidas partes pode ser 1 a 5, e elas podem ser introduzidas como um eluente em várias posições do sistema, ou como frações coletadas, ou transferidas como um perfil de contato.

[00073] A retirada dos componentes de referidas partes durante a mesma ou as seguintes sequências de separação pode ser efetuada em fração(ões) residual(is), fração(ões) de reciclagem e/ou fração(ões) de produto, diretamente ou após um estágio intermediário.

[00074] O movimento dos componentes de referidas partes no sistema de separação pode proceder através de estágios intermediários antes da retirada final dos mesmos. Os estágios intermediários são frações não típicas ou posições no perfil de separação, onde o(s) componente(s) é(são) direcionado(s) para ser(em) reintroduzido(s) de volta ao sistema de separação para a separação final e retirada do(s) mesmo(s), ou para ser(em) reintroduzido(s) em um sistema de separação distinto.

[00075] Os componentes de referidas partes são tipicamente retirados durante a mesma ou seguintes sequências de separação na zona de uma ou mais frações residuais ou direcionados ou para uma fração de reciclagem ou circulados em uma fase de circulação a serem intro-

duzidos de volta no sistema para serem finalmente retirados na zona de uma ou mais frações residuais. Por exemplo, betaína de referidas partes é tipicamente direcionada a uma fração de reciclagem de saca-rose a ser adicionada para diluir uma solução de alimentação e aumentar o teor de betaína da alimentação e para ser retirada em uma fração de betaína final.

[00076] Em outro exemplo relacionado à separação de xilose, as partes contendo componentes residuais, tais como lignossulfonatos e sais, podem ser essencialmente ou parcialmente direcionadas a uma fração de reciclagem, seguida por retirada dos componentes residuais essencialmente em uma fração residual durante as seguintes sequências 1 a 4 de separação.

[00077] Em um exemplo adicional relacionado à separação de frutose, as partes contendo componentes residuais, tais como dissacarídeos e glicose podem ser essencialmente ou parcialmente direcionadas a uma fração de reciclagem, seguida por retirada dos componentes residuais essencialmente em uma fração residual durante as seguintes sequências 1 a 4 de separação.

[00078] O volume, posição de introdução e etapa de introdução de referidas partes são determinados na base dos volumes de retenção dos componentes de referidas partes, o volume do leito de resina através do qual os componentes das partes passam e o volume das etapas que movem os componentes de referidas partes a partir da posição de introdução para a posição de retirada alvo calculada dos componentes durante referidas mesmas ou seguintes sequências de separação, enquanto essencialmente mantêm a pureza da(s) fração(ões) do produto e a produção dos componentes de produto.

[00079] É essencial que o volume, posição de introdução e etapa de introdução de referidas partes sejam determinados para serem adequados de modo que os componentes de referidas partes na reti-

rada dos mesmos ou alcancem a região dos componentes de movimento rápido similares da alimentação, ou sejam retidos para serem eluídos juntos com os componentes de movimento mais rápido da alimentação, ou eles permitem que os componentes de movimento rápido do perfil de separação alcancem os componentes de movimento lento de referidas partes.

[00080] O volume, posição de introdução e etapa de introdução de referidas partes são determinados pela primeira determinação da fração-alvo ou frações e seus volumes, bem como a(s) coluna(s) e etapa(s) em que o(s) componente(s) de referidas partes são para serem retiradas. Por exemplo, se o componente principal de referidas partes é betaína e/ou sacarose, o componente de betaína/sacarose é para ser retirado em algumas das frações de reciclagem de outro componente de produto (por exemplo, betaína é retirada em uma fração de reciclagem de sacarose) que são retiradas de colunas predeterminadas em etapas predeterminadas do processo. A fração de reciclagem de sacarose pode ser, por exemplo, uma parte de inclinação frontal ou uma parte de inclinação traseira de um subperfil de sacarose. Estas frações de reciclagem são, em seguida, recicladas de volta à solução de alimentação para separação adicional e para recuperação adicional de betaína/sacarose. Se os componentes principais de referidas partes são componentes residuais, tais como sais, os componentes de sal são para serem retirados em algumas das zonas das frações de resíduo a serem retiradas de colunas predeterminadas em etapas predeterminadas do processo durante a próxima ou seguintes sequências.

[00081] Os volumes de retenção dos componentes de referidas partes para cada sistema de separação são experimentalmente determinados para os leitos de resina em uso.

[00082] Por exemplo, na separação de xilose de licor de gasto de sulfito, o volume de retenção de xilose é aproximadamente 60% (entre

57 e 63%) do volume de leito de resina usado para leitos de resina de troca de cátion de ácido forte divalente (uma resina em forma de magnésio tendo um teor de DVB de 6 a 6,5%). O volume de retenção da partida do pico de condutividade (sais e moléculas grandes, tais como lignossulfonatos) na mesma separação de licor de gasto de sulfito com as mesmas resinas é aproximadamente 33% do volume de leito de resina, que é igual ao volume de vazio do leito de resina. Também o fenômeno de ampliação de pico deve ser levado em conta quando se calcula os volumes de eluição, em que componentes diferentes são eluídos da coluna de separação.

[00083] Na separação de frutose e glicose de sacarose invertida, o volume de retenção de frutose é aproximadamente 72% (entre 69 e 75%) e o volume de retenção de glicose é aproximadamente 52% (entre 47 e 55%) do volume de leito de resina usado para leitos de resina de troca de cátion de ácido forte divalente (resina em forma de cálcio tendo um teor de DVB de aproximadamente 5,5%). O volume de retenção da partida do perfil de separação (moléculas grandes, tais como dissacarídeos) na mesma separação de açúcar invertido com as mesmas resinas é aproximadamente 40% (entre 38 e 45%) do volume de leito de resina.

[00084] Na separação de maltose de hidrolisado de amido, o volume de retenção de maltose é aproximadamente 52% (entre 49 e 55%) do volume de leito de resina usado para leitos de resina de troca de cátion de ácido forte monovalente (uma resina em forma de sódio tendo um teor de DVB de aproximadamente 5,5%). O volume de retenção da partida do perfil de separação (moléculas grandes, tais como oligossacarídeos) na mesma separação de hidrolisado de amido com as mesmas resinas é aproximadamente 33% do volume de leito de resina.

[00085] Na separação de betaína e glicerol de vinhoto, a fração de glicerol é vantajosamente introduzida em uma posição adequada do

sistema de separação na eluição da próxima alimentação ou alimenta (sequências) como uma substituição de eluente. O glicerol é, em seguida, retirado em uma fração residual simultaneamente com componentes de movimento rápido (tais como sais). Isto é alcançado pela utilização das diferenças nos volumes de retenção de sais e glicerol. O volume de retenção de sais para leitos de troca de cátion fortemente ácidos é aproximadamente 27 a 34% do volume de leito de resina e o volume de retenção de glicerol é aproximadamente 65 a 75% do volume de leito de resina.

[00086] Na separação de melaço de beterraba, o volume de retenção de betaína é aproximadamente 70% (entre 67 e 73%) do volume de leito de resina usado e o volume de retenção de sacarose é aproximadamente entre 55% e 60% do volume de leito de resina usado para leitos de resina de troca de cátion de ácido forte monovalente (tendo um teor de DVB de 6 a 6,5%). O volume de retenção da partida do pico de condutividade (sais e moléculas grandes) na mesma separação de melaço com as mesmas resinas é aproximadamente entre 28 e 34% do volume de leito de resina, que é igual ao volume de vazão do leito de resina.

[00087] O movimento de componentes diferentes (tais como açúcares, betaína e sais) de referidas partes no processo de separação, tais como em um sistema de SMB sequencial, durante uma sequência e, especialmente, durante as seguintes sequências 1 a 4, pode, em seguida, ser calculado na base dos volumes de retenção (R_t) dos componentes, para volume do leito de resina (BV) através do qual os componentes das partes passam e o volume das etapas (V) que movem os componentes de referidas partes durante referidas sequências (calculado etapa por etapa). Um componente inicia a eluição a partir do sistema de separação (coluna) quando o volume das etapas movidos através do sistema é igual ao volume de retenção do componente em

questão. Isto determina a posição de retirada alvo do componente concernido. Quando a posição de retirada alvo é conhecida, o volume de introdução, posição e etapa de referidas partes como um substituinte de eluente podem, em seguida, ser calculados a montante etapa por etapa de modo que os componentes de referidas partes terminam e são retirados nas frações-alvo essencialmente durante as seguintes sequências 1 a 4. Isto é alcançado quando o volume das etapas a partir da posição de retirada alvo para a posição de introdução de referidas partes é igual ao volume de retenção dos componentes de referidas partes através do leito de resina da introdução a retirada. O volume de etapas é calculado a montante da etapa de coluna para coluna pela etapa de soma dos volumes introduzido nas colunas em cada etapa durante a alimentação, eluição e fases de circulação, iniciando-se com a posição-alvo.

[00088] Os volumes das partes como taxas de fluxo (m^3/h) podem ser medidos ou da admissão ou descarga das colunas.

[00089] Os componentes desejados são retirados durante referidas mesmas ou seguintes sequências de separação. Em uma concretização da invenção, os componentes desejados são essencialmente retirados durante as seguintes sequências de separação 1 a 4.

[00090] O sistema de separação cromatográfica pode ser um sistema de batelada ou um sistema de SMB, que pode ser contínuo ou sequencial.

[00091] Em uma concretização preferida da invenção, o sistema de separação cromatográfica é um sistema de SNB sequencial descrito na Patente dos Estados Unidos 6 093 326, Patente dos Estados Unidos 5 127 957, Patente dos Estados Unidos 6 572 775, e Patente dos Estados Unidos 6 896 811.

[00092] O sistema de SMB cromatográfico sequencial pode conter um ou mais circuitos fechados no sistema. O sistema pode também

conter um ou mais perfis de separação em um circuito fechado.

[00093] Em uma concretização da invenção, o perfil de separação é circulado mais do que uma vez ou menos do que uma vez através do leito de resina do sistema durante um ciclo.

[00094] As resinas de separação cromatográfica nos leitos acondicionados parciais do sistema de separação podem ser selecionadas daquelas comumente usadas para a separação dos componentes de produto acima descritos de extrato à base de plantas de multicomponente e hidrolisados e derivados dos mesmos. Resinas especialmente úteis são resinas de troca de cátion fortemente ácidas (SAC) e resinas de troca de cátion fracamente ácidas (WAC), mas resinas de troca de ânion ainda fracamente básicas (WBA) e resinas de troca de ânion fortemente básicas (SBA), podem ser usadas. As resinas de troca de cátion (SAC e WAC) podem estar na forma monovalente, divalente ou trivalente, tais como na forma de H^+ , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} ou Al^{3+} .

[00095] As resinas podem ser resinas estirênicas ou acrílicas tendo um grau de reticulação em uma faixa de 1 a 20%, por exemplo, 4 a 10% de DVB (divinilbenzeno). O grau de reticulação das resinas como uma regra afeta o volume de retenção dos componentes. Um tamanho de partícula médio típico das resinas é 200 a 450 μm .

[00096] O teor de sólidos secos de referidas partes usadas como uma substituição de eluente é tipicamente 0,2 a 50%, preferivelmente 1 a 30%.

[00097] O teor de sólidos secos das partes é tipicamente 3 a 30% quando a solução de alimentação é um licor de gasto de sulfito, que tem um teor de sólidos secos, por exemplo, de 25 a 55%. O teor de xilose de referidas partes pode estar em uma faixa de 0 a 75% em DS, preferivelmente em uma faixa de 0 a 15% em DS.

[00098] O teor de sólidos secos das partes é tipicamente 0,2 a 15% quando a solução de alimentação é melaço de beterraba sacarina, que

tem um teor de sólidos secos, por exemplo, de 30 a 60%. O teor de betaína de referidas partes pode ser até 80% em DS.

[00099] O teor de sólidos secos das partes é tipicamente 0,2% a 25%, preferivelmente em uma faixa de 0,2 a 10%, quando a solução de alimentação é sacarose invertida ou glicose isomerizada. O teor de frutose de referidas partes pode estar em uma faixa de 0 a 95% em DS, preferivelmente em uma faixa de 0 a 10% em DS.

[000100] O teor de sólidos secos das partes é tipicamente 0,2 a 25%, preferivelmente em uma faixa de 0,2 a 10% quando a solução de alimentação é um hidrolisado de amido. O teor de maltose das partes pode estar em uma faixa de 0 a 95% em DS, preferivelmente em uma faixa de 0 a 25% em DS.

[000101] Em uma concretização da invenção, referidas uma ou mais partes são partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira de um subperfil do primeiro componente de produto, que possui um alto teor de um primeiro componente de produto. Esta concretização da invenção compreende introduzir referidas partes de inclinação frontal e/ou partes de inclinação traseira do subperfil do primeiro componente de produto de volta no referido sistema de separação para substituir uma porção da água eluente, seguido por retirada do primeiro componente de produto das referidas partes de inclinação frontal ou traseira durante a próxima sequência em uma fração de reciclagem de um segundo componente de produto. A fração de reciclagem é reciclada para a alimentação para separação adicional do primeiro componente de produto. O primeiro componente de produto de inclinações é finalmente recuperado na primeira fração de componente de produto, que tem uma concentração de sólidos secos mais alta e pode também ter um teor do primeiro componente de produto mais alto do que sem circulação das inclinações.

[000102] Em uma concretização da invenção, o primeiro componente

de produto é betaína e o segundo componente de produto é sacarose. As partes de inclinação frontal e traseira de um subperfil de betaína como o subperfil do primeiro componente de produto têm tipicamente uma concentração de sólidos secos de 0,2% a 8%, e o teor de betaína do subperfil de betaína é até 80% em sólidos secos (DS).

[000103] Em outra concretização da invenção, referidas uma ou mais partes podem ser selecionadas de partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil residual. Nesta concretização do processo da invenção, referidas partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira de um subperfil residual são introduzidas de volta no referido sistema de separação para substituir uma porção da água eluente, os componentes das mesmas são movidos para a região de outros componentes residuais, seguido por retirada dos componentes residuais de referidas partes de inclinação em mais do que uma fração residual durante as mesmas ou seguintes sequências 1 a 4.

[000104] Em uma concretização da invenção, a inclinação frontal e/ou inclinação traseira do subperfil residual podem ser divididas em várias subseções, que são introduzidas no sistema de separação como uma substituição de eluente. É também possível circular somente algumas das subseções como uma substituição de eluente, enquanto algumas delas são retiradas do sistema. A seleção de uma subseção para uma substituição de eluente será feita de acordo com seu volume e sua introdução (coluna e etapa) e posições de retirada baseadas no conhecimento de seu volume de retenção na separação. As subseções para substituição de eluente podem ser selecionadas de parte final mais diluída, parte intermediária, ou a parte mais concentrada da fração residual.

[000105] Em uma concretização da invenção, a inclinação frontal do subperfil residual pode ser dividida, por exemplo, em quatro subseções (seções 1 a 4), pelo que as seções 1 e 3 são retiradas do sistema de se-

paração, e as seções 2 e 4 são usadas como uma substituição de eluente por introdução das mesmas em etapas calculadas para colunas diferentes intermitentemente.

[000106] Em uma concretização adicional da invenção, referidas uma ou mais partes podem ser selecionadas de partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil do segundo componente de produto. Esta concretização da invenção compreende introduzir referidas partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira de um subperfil do segundo componente de produto de volta ao referido sistema de separação para substituir uma porção da água eluente, seguido por retirada do segundo componente de produto de referidas partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira durante a próxima sequência em uma fração de reciclagem. A fração de reciclagem é reciclada para a alimentação para separação adicional do segundo componente de produto. O segundo componente de produto é finalmente recuperado em uma fração do segundo componente de produto.

[000107] Em uma concretização ainda adicional da invenção, referidas uma ou mais partes podem compreender ambos (1) uma ou mais partes de um subperfil de componente de produto, tais como partes de inclinação frontal e/ou partes de inclinação traseira de um subperfil de componente de produto, e (2) uma ou mais partes do subperfil residual. Partes diferentes podem ser combinadas ou introduzidas separadamente a posições de introdução de eluente diferentes para capacitar a retirada dos componentes das partes em frações adequadas durante as mesmas ou seguintes sequências.

[000108] O volume de referida parte é preferivelmente menor do que aquele da fração de reciclagem ou fração de resíduo em que os componentes de referidas partes são para serem retirados.

[000109] Em uma concretização da invenção, referidas partes são introduzidas no sistema de separação como um perfil de separação

intacto como uma corrente contínua de outra coluna.

[000110] Em outra concretização da invenção, referidas partes são coletadas em um tanque separado e introduzidas de volta no sistema de separação a partir do tanque.

[000111] O volume total de referidas partes usadas para uma substituição de eluente no sistema de separação é 1 a 50%, vantajosamente 5 a 20%, do volume de todas as etapas que movem o perfil de separação para frente durante uma sequência de separação. Referidas partes são tipicamente usadas para substituição de 5 a 70%, preferivelmente 10 a 30%, de água eluente. A quantidade da substituição de eluente é preferivelmente a mesma conforme aquela da água eluente omitida.

[000112] Em uma concretização típica da invenção, o processo proporciona uma fração de componente de produto onde o teor do componente de produto é 35 a 99% em DS.

[000113] Em uma concretização específica da invenção, o processo proporciona uma fração de produto de betaína com um teor de betaína de 40 a 98%, preferivelmente 60 a 90%, em DS. Em outra concretização específica da invenção, o processo proporciona uma fração de produto de xilose com um teor de xilose de 35 a 80%, preferivelmente 40 a 75%, em DS. Em uma concretização adicionalmente específica da invenção, o processo proporciona uma fração de produto de frutose com um teor de frutose de 85 a 99%, preferivelmente 90 a 98%, em DS. Em uma concretização ainda adicionalmente específica da invenção, o processo proporciona uma fração de produto de maltose com um teor de maltose de 85 a 99%, preferivelmente 90 a 98%, em DS.

[000114] Em uma concretização típica da invenção, o processo proporciona uma produção de componente de produto em uma faixa de 60 a 98% baseado no componente de produto na solução de alimentação.

[000115] Em uma concretização específica da invenção, o processo

proporciona uma produção de betaína de mais do que 60%, preferivelmente mais do que 70%, mais preferivelmente mais do que 80%, mais preferivelmente mais do que 85%, e especialmente mais do que 90%, baseado no teor de betaína na solução de alimentação. Em uma concretização adicionalmente específica da invenção, o processo proporciona uma produção de xilose, frutose ou maltose de mais do que 85%, preferivelmente mais do que 90%, e mais preferivelmente mais do que 95%, baseado no teor de xilose, frutose ou maltose na solução de alimentação.

[000116] Em uma concretização específica da invenção, licor de gasto de sulfito é separado usando-se um sistema cromatográfico de 5 colunas com um modo de acordo com a Patente dos Estados Unidos 5 637 225 para proporcionar uma fração de xilose, uma fração de reciclagem, e uma fração residual. A fração residual contém componentes de movimento rápido, tais como lignossulfonatos e sais, e o objetivo é reutilizar uma parte de uma fração residual como uma substituição de eluente e recuperar estes componentes para outras frações residuais, que são normalmente eluídas do sistema. A parte é tomada a partir da parte frontal de um perfil de separação nas últimas colunas (por exemplo, das colunas 4 e 5 em um sistema de 5 colunas), e é introduzida de volta às primeiras colunas do sistema de separação (por exemplo, para colunas 1 e 3 em um sistema de 5 colunas) para substituir água eluente. A parte da coluna 5 pode ser diretamente introduzida na coluna 1 como uma substituição de eluente e a parte da coluna 4 pode ser coletada em um tanque de coleta e introduzida como uma solução misturada à coluna 3 também como uma substituição de eluente. Nesta concretização específica, as partes estavam substituindo a última porção da alimentação de água em uma coluna. O volume da parte não deve ser muito grande para assentar na região de retirada desejada. Os componentes da parte têm que ser capazes de passar os com-

ponentes de movimento mais lento do perfil de separação total da alimentação sem efetuar distúrbio de sua separação e alcançar uma região onde lignossulfonatos e sais estão localizados e sobrepondo a região. Os componentes da parte (lignossulfonatos e sais) podem ser recuperados em pelo menos uma fração residual em uma forma mais concentrada do que sem uso da parte e ser removidos a partir do sistema. A parte com seus componentes pode ser dividida em correntes separadas (conduzindo a colunas diferentes) no sistema e ser parcialmente recuperada também ou em uma fração de reciclagem a ser adicionada à solução de alimentação para diluição ou antes da concentração, ou em uma fração a ser reutilizada como um eluente. O volume do eluente fresco total requerido é pelo menos 20% mais baixo, preferivelmente acima de 40% mais baixo, do que sem uso da parte.

[000117] Em outra concretização específica da separação de melaço, partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil de betaína (que têm uma alta pureza de betaína, mas um baixo teor de substância seca) são introduzidas de volta no sistema de separação como uma substituição de eluente. A posição de introdução e volume de referidas partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira contendo betaína como um substituto de eluente são calculadas de modo que a betaína em referidas partes durante o processo de separação se move para a fração de reciclagem de frutose. Referidas partes contendo a betaína de movimento lento são, desse modo, introduzidas em tal posição que os componentes residuais (sais) do perfil de separação passam a betaína das partes e o novo pico da betaína a partir das partes estarão dentro do intervalo de coleta da fração de reciclagem de sacarose. A fração de reciclagem é coletada em um ponto onde sacarose e componentes residuais (sais) parcialmente se sobrepõem. Neste processo, a betaína pode ser eficientemente recuperada a partir das partes contendo betaína diluídas de inclinação

frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil de betaína. Consequentemente, a concentração (substância seca e betaína) da fração de produto de betaína se eleva e a água nas partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira contendo betaína diluta é utilizada como um eluente.

[000118] Em uma concretização adicional relacionada à separação de frutose de uma solução contendo frutose, tais como uma produção de frutose, partes contendo dissacarídeos e glicose (partes da fração de resíduo) são introduzidas de volta ao sistema de separação como uma substituição de eluente. Dissacarídeos e glicose são em seguida retirados durante as seguintes sequências de separação 1 a 4 em fração de resíduos.

[000119] Em uma concretização ainda adicional relacionada à separação de maltose de um hidrolisado de amido, partes contendo oligossacarídeos e glicose (partes da fração de resíduo) são introduzidas de volta ao sistema de separação como uma substituição de eluente. Oligossacarídeos e glicose são em seguida retirados durante as seguintes sequências 1 a 4 em frações de resíduo.

[000120] Em uma concretização adicionalmente específica da invenção relacionada à separação cromatográfica de vinhoto com resina SAC na forma de Na^+ e resina de WAC na forma de H^+ (DVB teor 8%), a ordem de eluição é sais (o componente de movimento mais rápido), glicerol, e betaína (o componente mais lento). Em uma concretização da invenção, a fração contendo glicerol obtida a partir da separação com a resina de WAC é introduzida de volta ao sistema de separação para substituir uma porção da água eluente na eluição da próxima alimentação em uma posição adequada pelo cálculo do volume de introdução e etapa da fração de glicerol de modo que o glicerol se move no perfil de separação durante a próxima alimentação ou alimento (sequências) a serem retiradas do sistema na fração sal-glicerol.

[000121] Além disso, foi descoberto que a invenção pode ser utilizada, por exemplo, em um sistema de separação de SMB sequencial compreendendo uma configuração de dois circuitos fechados de acordo com a Patente dos Estados Unidos 5 637 225 ou Patente dos Estados Unidos 6 093 326. Uma parte, que tem vantajosamente um teor de sólidos secos de 3 a 30% e compreende uma mistura de componentes de alimentação que se movem mais rápido do que os componentes de produto principais, pode ser tomada do segundo circuito fechado e pode ser usada para substituir uma quantidade substancial (15 a 50%) de eluente fresco pela introdução da parte ao primeiro circuito fechado na(s) coluna(s) entre os perfis de separação e permitindo que a parte atue como um eluente. Uma porção da parte com seus componentes e uma parte do perfil de separação que sobrepõe com a parte são recuperadas em mais do que uma fração de retirada, por exemplo, frações residuais, de várias colunas no primeiro circuito fechado durante as seguintes passagens no primeiro circuito fechado. A concentração dos componentes da parte (g/l) nas frações residuais coletadas é mais alta do que sem uso da parte.

[000122] No SMB sequencial, o uso das partes como um eluente pode ser implementado em modos diferentes, por exemplo, conforme segue:

[000123] realização da fase de circulação mais longa anteriormente usada (movimento de volumes maiores para frente), por exemplo, no sistema de SMB sequencial da Patente dos Estados Unidos 5 127 957, Patente dos Estados Unidos 5 637 225 ou Patente dos Estados Unidos 6 093 326, permitindo, desse modo, que a parte (contendo, por exemplo, sais) entre em uma coluna e atue como um eluente e recupere sais da parte juntos com os sais da alimentação em uma fração residual (contendo sais da alimentação) de colunas em um modo normal ou realizando uma etapa extra em um sistema SMB sequencial

compreendendo cinco colunas, onde uma fração residual previamente retirada (compreendendo componentes de movimento mais rápido ou mais lento do que o componente de produto) da coluna 4 ou 5 é introduzida ou com uma parte sem distúrbio do perfil, ou como uma parte alimentação separada de um tanque de coleta ou recipiente em uma coluna dependendo dos componentes da parte e da fração de descarga desejada para os componentes de parte.

[000124] A parte da coluna pode ser diretamente introduzida na coluna 1 como uma substituição de eluente e a parte da coluna 4 pode ser coletada em um tanque de coleta e introduzida como uma solução misturada nas colunas 2 e 3 também como uma substituição de eluente. Quando a parte é introduzida em uma coluna, ela pode substituir uma porção ou toda da alimentação de eluente em uma coluna em uma etapa. Pode ser vantajoso substituir a última porção da alimentação de eluente em uma coluna e permitir que o perfil de separação em uma próxima etapa siga a parte imediatamente introduzida após a etapa de introdução.

[000125] No processo da presente invenção, referidas uma ou mais partes do perfil de separação são tipicamente utilizadas como uma substituição de eluente dentro do mesmo sistema de separação. Contudo, é também possível introduzir referidas partes como uma substituição de eluente a outros sistemas de separação paralelos similares ou a sistemas de separação diferentes.

[000126] Os seguintes exemplos ilustram a invenção sem limitar a invenção de qualquer modo.

Exemplo 1. Separação de SMB cromatográfica de MgSSL – exemplo de referência

[000127] O equipamento de processo incluiu cinco colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de flu-

xo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e produtos para as várias correntes de processo. A altura das primeiras três colunas foi 3,6 m e a altura das duas últimas colunas foi 4,6 m, e cada coluna tem um diâmetro de 4,2 m. As colunas foram acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo gel de ácido forte (fabricada por Finex) na forma de Mg^{2+} . O teor de divinilbenzeno da resina foi 6,5%, e o tamanho de gota médio da resina foi 0,38 mm.

[000128] Antes da separação, Mg^{2+} licor de gasto de sulfito ($MgSSL$) foi diluído com uma fração de reciclagem a 52 % em peso e pré-revestido filtrado usando Arbocel B800 como um auxiliar de filtro. A substância seca de alimentação foi adicionalmente ajustada com uma fração de reciclagem a 48,1 g/100 g e o pH do licor de alimentação pH foi 3,4. A alimentação foi composta conforme colocada abaixo, pelo que as porcentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E1-1

Composição da alimentação, % em DS	
Glicose	2,2
Xilose	17,2
Galactose+ramnose	1,6
Arabinose+manose	1,8
Ácido xilônico	5,6
Outros (muitos sais)	26,2
Lignossulfonatos	45,4

[000129] O fracionamento foi realizado por meio de uma sequência de SMB de 9 etapas conforme colocado abaixo. O objetivo da separação foi separar xilose contida nesta. A alimentação e o eluente foram usados a uma temperatura de 70°C, e o condensado das evaporações residual e fração de xilose foi usado como um eluente.

[000130] Etapa 1: 4,8 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 90 m³/h, e uma fração de reciclagem foi coletada da terceira coluna. Simultaneamente, 2,0 m³

foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 45 m³/h.

[000131] Etapa 2: 9,5 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 95 m³/h, e uma fração residual foi coletada da mesma coluna. Simultaneamente, 8,1 m³ de eluente foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 85 m³/h, e primeiro, 6,6 m³ de fração de reciclagem e, em seguida, 1,5 m³ de fração de xilose foi coletado a partir da última coluna.

[000132] Etapa 3: 6,4 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 m³/h, e uma fração de xilose foi coletada a partir da última coluna.

[000133] Etapa 4: 10,8 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 m³/h, e uma fração residual foi coletada a partir da quarta coluna. Simultaneamente, 12,7 m³ de eluente foram bombeados na última coluna a uma taxa de fluxo de 95 m³/h, e primeiro, 10,2 m³ de fração de xilose e, em seguida, 2,5 m³ de fração de reciclagem foram coletados a partir da mesma coluna.

[000134] Etapa 5: 1,0 m³ de solução de alimentação foi bombeado na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 70 m³/h, e uma fração residual foi coletada da segunda coluna. A coluna 3 ficou esperando a próxima etapa. Simultaneamente, 21,0 m³ de circulação foram iniciados no circuito fechado da coluna, formada com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 55 m³/h.

[000135] Etapa 6: 11,5 m³ de eluente foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 70 m³/h, e uma fração residual foi coletada da segunda coluna. Simultaneamente, a circulação no circuito fechado da coluna, formada com colunas 4 e 5, foi continuada uma taxa de fluxo de 55 m³/h.

[000136] Etapa 7: 17,2 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 1, 2 e 3, a uma taxa de fluxo de 75 m³/h.

Simultaneamente, a circulação no circuito fechado da coluna, formada com colunas 4 e 5, foi continuada a uma taxa de fluxo de 55 m³/h.

[000137] Etapa 8: 11,6 m³ de eluente foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 80 m³/h, e uma fração residual foi coletada da terceira coluna. Simultaneamente, 10,6 m³ de eluente foram bombeados na quarta coluna a uma taxa de fluxo de 60 m³/h, e uma fração residual foi coletada da última coluna.

[000138] Etapa 9: 11,9 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 1, 2 e 3, a uma taxa de fluxo de 95 m³/h. Simultaneamente, 6,0 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 60 m³/h.

[000139] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações foram retiradas a partir do sistema: uma fração residual de cada coluna, frações de reciclagem a partir da terceira e quinta coluna, e frações de produto de xilose a partir da última coluna. Os resultados, incluindo análise de HPLC para as frações combinadas e para coluna residual, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E1-2

	Residual Combinado	Reciclagem Combinada	Xilose Combinada	Coluna 5 residual	Coluna 1 residual
Volume, m ³	55,0	13,9	18,1	10,6	9,5
Sólidos secos, peso-%	18,8	25,7	25,1	14,5	20,7
Sólidos secos, g/100ml	20,4	29,2	27,7	15,4	22,5
Glicose, % em DS	0,5	4,0	4,6	1,4	0,2
Xilose, % em DS	1,2	24,2	46,1	3,8	0,2
Galactose+ramnose, % em DS	0,1	2,5	4,1	0,4	0,0
Arabinose+manose, % em DS	0,2	2,7	4,6	0,6	0,1
Ácido xilônico, % em DS	3,7	5,0	8,5	6,8	1,6
Lignossulfonatos, % em DS	58,8	19,4	5,8	41,5	66,4
Outros (muitos sais, % em DS)	35,5	42,2	26,3	45,5	31,5

[000140] A produção total de xilose calculada destas frações foi

94,5%. No curso de referência, todo residual foi retirado do sistema e a proporção de W/F (água para alimentação) foi 1,7. Quando a fração residual é evaporada para 60 % em peso, a remoção de condensado é 41,0 toneladas por ciclo de separação.

Exemplo 2. Separação de SMB cromatográfica de MgSSL

[000141] O equipamento de processo incluiu cinco colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. A altura das primeiras três colunas (um volume de 49,9 m³ cada) foi 3,6 m e a altura das duas últimas colunas (um volume de 63,7 m³ cada) foi 4,6 m, e cada coluna tem um diâmetro de 4,2 m. As colunas foram acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo ácido forte (manufaturada por Finex) na forma de Mg²⁺. O teor de divinilbenzeno da resina foi 6,5%, e o tamanho de gota médio da resina foi 0,38 mm.

[000142] Antes da separação, licor de gasto de sulfito Mg²⁺ foi diluído com uma fração de reciclagem a 52 % em peso e pré-revestido filtrado usando Arbocel B800 como um auxiliador de filtro. A substância seca de alimentação foi adicionalmente ajustada com uma fração de reciclagem a 48,2 g/100 g, e o pH do licor de alimentação foi 3,22. A alimentação foi composta conforme colocado abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E2-1

Composição da alimentação, % em DS	
Glicose	2,3
Xilose	17,8
Galactose+ramnose	1,7
Arabinose+manose	1,8
Ácido xilônico	5,3

Composição da alimentação, % em DS	
Outros (muitos sais)	25,5
Lignossulfonatos	45,3

[000143] O fracionamento foi realizado por meio de uma sequência de SMB de 10 etapas conforme colocado abaixo. O objetivo da separação foi separar xilose contida neste. A alimentação e o eluente foram usados a uma temperatura de 70°C e o condensado do residual e evaporações da fração de xilose foram usados como um eluente.

[000144] Etapa 1: 4,8 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 90 m³/h, e uma fração de reciclagem foi coletada da terceira coluna. Simultaneamente, 2,0 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 45 m³/h.

[000145] Etapa 2: 9,5 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 95 m³/h, e uma fração residual foi coletada da mesma coluna. Simultaneamente, 8,1 m³ de eluente foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 85 m³/h, e primeiro, 6,6 m³ de fração de reciclagem e, em seguida, 1,5 m³ de fração de xilose foram coletados a partir da quinta coluna.

[000146] Etapa 3: 6,4 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 m³/h, e uma fração de xilose foi coletada a partir da quinta coluna.

[000147] Etapa 4: 10,8 m³ de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 m³/h, e uma fração residual foi coletada a partir da quarta coluna. Simultaneamente, 12,7 m³ de eluente foram bombeados na quinta coluna a uma taxa de fluxo de 95 m³/h, e primeiro, 10,2 m³ de fração de xilose e, em seguida, 2,5 m³ de fração de reciclagem foram coletados a partir da quinta coluna.

[000148] Etapa 5: 1,0 m³ de solução de alimentação foi bombeado na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 70 m³/h, e uma fração resi-

dual foi coletada a partir da segunda coluna. A coluna 3 ficou esperando a próxima etapa. Simultaneamente, 21,0 m³ de circulação foram iniciados no circuito fechado da coluna, formada com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 55 m³/h.

[000149] Etapa 6: 11,5 m³ de eluente foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 70 m³/h, e uma fração residual foi coletada a partir da segunda coluna. Simultaneamente, a circulação no circuito fechado da coluna, formada com as colunas 4 e 5 foi continuada a uma taxa de fluxo de 55 m³/h.

[000150] Etapa 7: 17,2 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 1, 2 e 3, a uma taxa de fluxo de 75 m³/h. Simultaneamente, a circulação no circuito fechado da coluna, formada com colunas 4 e 5, foi continuada a uma taxa de fluxo de 55 m³/h.

[000151] Etapa 8: 2,6 m³ de eluente foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 80 m³/h, e uma fração residual foi coletada a partir da terceira coluna. Simultaneamente, 1,6 m³ de eluente foi bombeado na quarta coluna a uma taxa de fluxo de 60 m³/h, e uma fração residual foi coletada a partir da última coluna.

[000152] Etapa 9: 9,0 m³ de eluente foram bombeados na quarta coluna a uma taxa de fluxo de 90 m³/h, e uma fração residual foi coletada a partir da terceira coluna em um circuito fechado aberto de todas as colunas. Simultaneamente, a fração residual da coluna 5 (PARTE) foi introduzida na coluna 1 para agir como um eluente.

[000153] Etapa 10: 11,9 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formada com colunas 1, 2 e 3, a uma taxa de fluxo de 95 m³/h. Simultaneamente, 6,0 m³ foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 60 m³/h. Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações foram retiradas a partir do sistema: uma fração residual de cada coluna, frações de reciclagem a partir das terceira e quinta colunas, e frações de produto de xilose a

partir da última coluna. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para as frações combinadas, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E2-2

	Residual Combinado	Reciclagem Combinada	Xilose Combinada	Coluna 5 residual	Coluna 1 residual
Volume, m ³	46,0	13,9	18,1	1,6	9,5
Sólidos secos, peso-%	22,1	27,3	25,7	13,6	26,5
Sólidos secos, g/100ml	24,4	31,1	28,4	14,3	29,7
Glicose, % em DS	0,6	3,8	4,5	0,1	0,5
Xilose, % em DS	1,2	23,0	45,6	4,0	0,9
Galactose+ramnose, % ou em DS	0,1	2,3	4,1	0,3	0,1
Arabinose+manose, % em DS	0,2	2,4	4,3	0,4	0,2
Ácido xilônico, % em DS	3,6	5,0	8,5	12,3	4,5
Lignossulfonatos, % em DS	60,4	29,4	6,9	38,6	59,5
Outros (muitos sais % em DS)	33,9	34,1	26,1	44,3	34,3

[000154] O rendimento total de xilose calculada destas frações foi 94,6%. No curso do teste, 9,0 m³ de coluna residual foram introduzidos na primeira coluna na etapa 9, e a proporção de W/F (água para alimentação) foi 1,40 comparada a 1,7 no curso de referência (exemplo 1). Quando a fração residual é evaporada a 60 % em peso, a remoção de condensados é 32,1 toneladas por ciclo de separação, e a demanda de evaporação da fração residual foi reduzida 22% conforme comparada com o curso do teste de referência.

[000155] Um cálculo simplificado do movimento da PARTE (por exemplo, a fração residual da coluna 5) e seus componentes foi feito assumindo-se que o volume de vazio é 33% do volume de leite, e lignossulfonatos e sais não têm retenção na resina. Pela comparação da análise de Residual 5 e Residual 1 ao curso de referência, ele pode ser calculado de modo que, por exemplo, ácido xilônico de residual introduzido na coluna 1 é principalmente eluído já no próximo Residual 1 na conta da retenção de ácido xilônico.

Exemplo 3. Separação de SMB cromatográfica de MgSSL – teste-

piloto

[000156] O equipamento de processo incluiu cinco colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. O equipamento também inclui um tanque, uma bomba de alimentação, linhas, meios de controle de fluxo e válvulas para a coleta e alimentação de uma fração a ser usada como uma substituição de eluente de água. A altura das primeiras três colunas (um volume de 282 litros cada) foi 3,6 m, e a altura das últimas duas colunas (um volume de 36,1 litros cada) foi 4,6 m, e cada coluna tem um diâmetro de 0,11 m. Os volumes de vazio das resinas nas colunas foram: 11,5 litros para coluna 1, 10,9 litros para coluna 2, 11,3 litros para coluna 3, 15,8 litros para coluna 4, e 15,1 litros para coluna 5. As colunas foram acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo gel ácido (fabricada por Finex) na forma de Mg^{2+} . O teor de divinilbenzeno da resina foi 6,5%, e o tamanho de gota médio da resina foi 0,38 mm. Antes da separação, licor de gasto de sulfito Mg^{2+} foi pré-revestido filtrado pelo uso de Arbocel B800 como um auxiliador de filtro. A substância seca de alimentação foi em seguida ajustada com uma fração de reciclagem a 49,4 g/100 g e o pH do licor de alimentação foi 3,1. A alimentação foi composta conforme colocada abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E3-1

Composição da alimentação, % em PS	
Glicose	2,4
Xilose	17,8
Galactose+ramnose	1,9
Arabinose+manose	2,2

Composição da alimentação, % em PS	
Lignossulfonatos	45,4
Outros (muitos sais)	30,3

[000157] O fracionamento foi realizado por meio de uma sequência de SMB de 10 etapas em um estado de equilíbrio, conforme colocado abaixo, pela utilização de um modo de desempenho com três circuitos fechados separados, a saber, colunas 1 a 3, colunas 4 e 5, e todas as cinco colunas.

[000158] A sequência de 10 etapas (ciclo) é mostrada na figura 1. O objetivo da separação foi separar a xilose contida neste. A alimentação e o eluente foram usados a uma temperatura de 65°C, e 2 % em peso de solução de ácido acético foram usados como um eluente.

[000159] Etapa 1: 3,8 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 60 l/h e uma fração de reciclagem 1 foi coletada a partir da terceira coluna. A fração de reciclagem 1 contém uma porção (2,7 litros) de PARTE 5-2 (=Residual a partir do ciclo antes do ciclo anterior). Uma parte frontal da PARTE 5-1 (=Perfil Residual de um ciclo anterior) é movida na coluna 2 que substitui 8,1 litros do volume de vazio da resina. Simultaneamente, 2,0 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 33 l/h. Uma parte frontal da PARTE 5-2/ parte 2 (1,9 litros) se moveu da coluna 5 para o topo da coluna 4.

[000160] Etapa 2: 8,0 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 50 l/h, e uma fração residual 1, contendo os componentes de movimento mais rápido da alimentação após Residual 3 (4,9 litros) na etapa 9, PARTE 5-2 e também o final do Residual foi eventualmente retirado a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 5,8 l de eluente fresco (água) foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 37 l/h, e uma fração de reciclagem 2 foi coletada da coluna 5. Uma parte frontal do perfil da PAR-

TE 5-1 moveu 3 litros para a coluna 3.

[000161] A parte frontal do perfil da PARTE 5-2/parte 2 (1,9 litros) se moveu na coluna 4 para a localização 7,7 litros sobre o vazio. 0,9 litro do perfil de PARTE 5-2/parte 2 foi retirado a partir do fundo da coluna 5 para a fração de reciclagem 1.

[000162] Etapa 3: 4,5 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna em um circuito fechado aberto de todas as colunas a uma taxa de fluxo de 55 l/h, e uma fração de xilose foi coletada da coluna 5. Uma parte frontal do perfil da PARTE 5-1 se moveu na coluna 3 para a localização 7,5 litros sobre o vazio. A parte frontal do perfil da PARTE 5-2/parte 2 (1,9 litro) se moveu na coluna 4 para a localização 12,2 litros sobre o vazio.

[000163] Etapa 4: 6,4 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 51 l/h. Simultaneamente, 6,4 litros da fração substituta de eluente denominada R-Elu1 incluindo 1,9 litros da parte frontal do perfil da PARTE 5-2/parte 2 foram coletados a partir da quarta coluna em um tanque separado. A PARTE 5-1 é dividida em duas correntes separadas. 2,6 litros da parte frontal da PARTE 5-1/ parte 2 se moveram para as colunas 4. 5 litros da PARTE 5-1/ parte 1 permanecem no fundo da coluna 3. Simultaneamente, 8,5 l de eluente fresco foram bombeados na coluna 5 a uma taxa de fluxo de 66 l/h, e 7,0 l de fração de xilose e, em seguida, 1,5 l de fração de reciclagem 2 foi coletado a partir da coluna.

[000164] Etapa 5: 2,1 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 55 l/h, e uma fração residual 2/1 contendo os componentes de movimento mais rápido da alimentação foi coletada a partir da segunda coluna. Simultaneamente, 0,8 l de eluente foi bombeado na quinta coluna a uma taxa de fluxo de 70 l/h e uma fração de substituição de eluente R Elu2 foi coletada a partir da quarta coluna. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/parte 2 moveu

3,4 litros para a coluna 4. A coluna 3 ficou esperando a próxima etapa.

[000165] Etapa 6: Primeiro, 0,4 l de eluente fresco (água) e, em seguida, 7,2 l da fração substituta de eluente ($= R_{Eiu1} + R_{Elu2}$) coletada nas etapas 4 e 5 da coluna 4 no tanque foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 75 l/h, e uma fração residual 2/2 foi coletada a partir da segunda coluna. A PARTE 5-1/parte 1 no fundo da coluna 3 se move para a coluna 1, e a parte frontal do perfil do Residual 5 (parte 1) está localizada a 7,6 litros na coluna 1. Simultaneamente, 15,1 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 29,5 l/h. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/ parte 2 se moveu da coluna 4 para a coluna 5 para a localização 2,7 litros sobre o vazio.

[000166] Etapa 7: 11,3 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 1 e 2 e 3, a uma taxa de fluxo de 75 l/h. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/parte 1 está localizada a 7,4 litros sobre o vazio na coluna 2. Simultaneamente, a circulação no circuito fechado da coluna, formado com colunas 4 e 5, foi continuada a uma taxa de fluxo de 29,5 l/h.

[000167] Etapa 8: 1,8 l de eluente fresco (água) foi bombeado na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 75 l/h e uma fração residual 3/1 contendo novamente os componentes de movimento mais rápido da alimentação foi eventualmente retirada a partir da terceira coluna. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/parte 1 está localizada a 9,2 litros sobre o vazio na coluna 2. As colunas 4 e 5 ficaram esperando para a próxima etapa, e uma nova Fração residual ficou esperando no fundo da coluna 5.

[000168] Etapa 9: Em um circuito fechado que liga as colunas 4, 5, 1, 2 e 3 nesta ordem, 8,1 l de eluente fresco (água) foram bombeados na quarta coluna a uma taxa de fluxo de 70 l/h, e simultaneamente, 8,1 l de uma fração residual (novo Residual 5= PARTE 5) da coluna 5 foram

movidos para a primeira coluna para agir como um substituto de eluente como um perfil parcial sem distúrbio. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/ parte 1 é movida a partir da coluna 2 a 6,4 litros sobre o vazio na coluna 3. 8,1 litros de uma fração Residual 3/2 são eventualmente retirados a partir da terceira coluna. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/parte 2 (2,6 litros) se moveu na coluna 5 para a localização 10,7 litros sobre o vazio.

[000169] Etapa 10: 7,7 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 1, 2 e 3, a uma taxa de fluxo de 75 l/h. A parte frontal do perfil da PARTE 5 (novo Residual 5) moveu 4,3 litros sobre o vazio na coluna 2. A parte frontal parte do perfil da PARTE 5-1/parte 1 é movida da coluna 3 para a coluna 1 para a localização 2,8 litros sobre o vazio. Simultaneamente, 3,5 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com as colunas 4 e 5, a uma taxa de fluxo de 35 l/h. A parte frontal do perfil da PARTE 5-1/ parte 2 (2,6 litros) se moveu na coluna 5 para o fundo da coluna.

[000170] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações foram retiradas a partir do sistema: uma fração residual (lignossulfonatos, sais) das colunas 1, 2 e 3, frações de substituto de eluente (R Elu) da coluna 4 em um tanque a serem reutilizadas, frações de reciclagem das colunas 3 e 5 a serem usadas para a diluição da alimentação e frações de xilose de produto a partir da última coluna. Na etapa 9, a fração substituta de eluente (parte de lignossulfonatos e sais) da coluna 5 (PARTE 5) foi diretamente movida como um perfil sem distúrbio para a coluna 1. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para o residual combinado, de reciclagem e frações de xilose, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E3-2

	Residual Combinado	Reciclagem Combinada	Xilose Combinada
Volume, l	27,6	11,1	11,5
Sólidos secos, peso-%	27,9	26,7	28,8
Sólidos secos, g/100ml	30,9	29,4	32,0
Glicose, % em DS	0,6	4,7	4,4
Xilose, % em DS	0,4	22,8	52,2
Galactose+ramnose, % em DS	0,2	2,8	5,2
Arabinose+manose, % em DS	0,2	3,1	5,8
Outros, % em DS	98,6	66,6	32,4

[000171] O rendimento total de xilose calculada destas frações foi 98,4%. No curso do teste, 8,1 l de coluna 5 Residual 5 (PARTE 5) foram introduzidos na coluna 1 como o eluente substituto na etapa 9. Também 7,2 l de coluna 4 Residual 4 foram coletados em um tanque como uma fração substituta de eluente nas etapas 4 e 5, e alimentados à coluna 3 como um eluente substituto na etapa 6. A proporção de W/F (água para alimentação) foi somente 1,0. A economia na água eluente fresca foi 39% conforme comparada com o mesmo modo sem substituições de eluente na etapa 9 e nas etapas 4 a 6.

[000172] Os componentes de substância seca da PARTE 5 (= Residual 5) que foi usada para substituir o eluente na etapa 9 elevou os teores de substância seca de todas as frações residuais (1, 2/1, 2/2, 3/1, e 3/2) e frações de reciclagem 1 e 2. Durante o próximo ciclo, uma porção da PARTE vai para o Residual 1. Alguma da PARTE vai para o circuito fechado 2 durante a etapa 4, onde ela fica durante o primeiro ciclo. Também no circuito fechado 1, uma porção da PARTE ficou no circuito fechado durante o primeiro ciclo.

[000173] Durante o próximo ciclo, o restante da substância seca no circuito fechado 1 foi coletado no Residual 1 na etapa 2 e uma fração de reciclagem é coletada na etapa 1. No circuito fechado 2, a PARTE

foi coletada ao Residual 4 na etapa 4.

[000174] A reciclagem externa da solução de eluente substituto (a parte denominada R Elu) na etapa 6 tem alguma da substância seca reciclada internamente na etapa 9. Durante o primeiro ciclo, muita da PARTE vai para o Residual 3 nas etapas 8 e 9. O restante da PARTE ficou no primeiro circuito fechado até o próximo ciclo.

[000175] Durante o próximo ciclo, uma porção da substância seca reciclada foi coletada em uma fração de reciclagem na etapa 1. O restante vai para o circuito fechado 2 até que a parte seja reciclada de volta para o circuito fechado 1 na etapa 9. O restante da substância seca ficou no segundo circuito fechado até a próxima etapa.

[000176] Durante o terceiro ciclo, o restante da substância seca externamente reciclada foi coletado em uma fração substituta de eluente (R Elu) nas etapas 4 e 5.

[000177] No estado de equilíbrio, este novo modo de usar as etapas cria um circuito fechado interno para os componentes da PARTE, elevando o teor de substância seca das frações residuais sem afetar a produção de xilose ou a pureza da fração de xilose.

[000178] Um cálculo simplificado do movimento da PARTE e seus componentes foi feito assumindo-se que o volume de vazio é 33% do volume de leite e lignossulfonatos e sais não têm retenção na resina. Também uma ampliação de faixa foi levada em conta a alguma extensão, contando que uma expansão de volume da PARTE é aproximadamente 50%. O movimento frontal da parte de perfil da fração residual foi calculado por subtração do volume de uma etapa a partir do vazio de coluna, começando com a etapa onde o eluente foi substituído pela solução de eluente substituto (R Elu). Este método é muito preciso para o movimento frontal da parte de perfil. O final do perfil foi uma estimativa, e foi mostrado por este exemplo que algum final é evidente, mas ele não deteriora a fração de xilose.

[000179] O eluente substituto alimentado na etapa 9 vai na parte frontal do perfil como uma pré-alimentação, e durante o próximo ciclo na etapa 7, a substância seca reciclada é alimentada a coluna 1 além do perfil como pós-alimentação.

Exemplo 4. Separação cromatográfica de CaSSL- separação de batelada

[000180] O equipamento de teste inclui uma coluna de separação, uma bomba de alimentação, um trocador de calor, válvulas de admissão para a alimentação e o eluente, bem como meios de controle de fluxo para entrada-saída de líquidos. O equipamento também inclui um tanque, uma bomba de alimentação, linhas, meios de controle de fluxo e válvulas para fração da PARTE e para a alimentação da parte frontal. A altura do leito de resina cromatográfico na separação foi 8,0 m, e a coluna consistiu em quatro compartimentos (2,1m/2,1m/1,8m /2,0m). Todas as colunas tem um diâmetro de 0,111 m. A coluna foi acondicionada com uma resina de troca de cátion do tipo gel de ácido forte (manufaturada por Finex) na forma de Ca^{2+} . O teor de divinilbenzeno da resina foi 5,5%. O tamanho de gota médio da resina foi 0,40 mm.

[000181] Como uma alimentação, licor gasto de cozimento de sulfito à base de Ca^{2+} (CaSSL) foi usado e o objetivo foi separar a xilose contida no mesmo.

[000182] Antes do teste, o licor de alimentação foi filtrado com uma placa Seitz e um filtro de pressão de estrutura pelo uso de Arbocel B800 como um auxiliador de filtragem (pré-revestimento a 1 kg/m², alimentação de corpo 0,5% em base de DS), e o teor de substância seca de alimentação foi ajustado a 32,1 g/100 g com uma fração de reciclagem de separação. As propriedades da alimentação são colocadas na tabela abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E4-1

Composição de CaSSL, % em DS	
pH (como é)	3,1
Xilose	23,9
Glicose	1,1
Outros açúcares	3,5
Outros	71,5

[000183] O fracionamento foi realizado por meio de uma sequência de separação de batelada de 9 etapas conforme colocado abaixo. O objetivo da separação foi separar xilose contida neste. A alimentação, a água eluente, a parte frontal alimentação e PARTE foram todos usadas a uma temperatura de 65°C.

[000184] Etapa 1: 10,3 l de solução de alimentação foram bombeados ao topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000185] Etapa 2: Primeiro, 3,0 l de fração de PARTE seguidos por 0,4 l de água foram bombeados para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000186] Etapa 3: 1,4 l de água foi bombeado para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração de reciclagem foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000187] Etapa 4: 2,6 l de água foram bombeados para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e a fração de alimentação da parte frontal foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000188] Etapa 5: 8,0 l de água foram bombeados para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração de xilose foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000189] Etapa 6: 3,1 l de água foram bombeados para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração de reciclagem foi

coletada a partir do fundo da coluna.

[000190] Etapa 7: 2,0 l de água foram bombeados para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração da PARTE foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000191] Etapa 8: 1,0 l de fração de alimentação da parte frontal foi bombeado para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e a fração da PARTE foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000192] Etapa 9: 1,6 l de fração de alimentação da parte frontal foi bombeado para o topo da coluna a uma taxa de fluxo de 18 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir do fundo da coluna.

[000193] Após equilíbrio do sistema com várias alimentações, as seguintes frações foram retiradas a partir das válvulas de produto de coluna de separação: uma fração residual, duas frações de reciclagem (ambos os lados do pico de xilose), uma fração de alimentação da parte frontal, uma fração de produto de xilose e fração da PARTE. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para as frações combinadas, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E4-2

	Residual	Recicla gem	Xilose	Parte frontal alimentação	PAR TE
Volume, l	15,3	4,5	8,0	2,6	3,0
Sólidos secos, g/100 ml	14,3	8,8	14,7	12,4	8,2
Xilose, % em DS	1,6	31,7	62,9	47,9	4,1
Glicose, % em DS	0,5	1,5	2,0	3,8	0,0
Outros açúcares % em DS	0,5	7,6	7,8	3,9	5,7
Outros, % em DS	97,4	59,2	27,3	44,4	90,2

[000194] O rendimento calculado a partir das frações de produto foi 95,5% para xilose. Na separação, uma porção da fração residual (3,0 l) foi coletada como uma fração da PARTE e usada como uma substituição de eluente. A fração da PARTE foi introduzida reta após a alimentação, que permitiu que os componentes rápidos (similares a lig-

nossulfonatos, sais) presentes na fração da PARTE passem a fração de xilose e componentes lentos (similar a ácido xilônico, arabinose) a serem retardadas ainda mais durante a separação. O uso da fração da PARTE reduz o uso de eluente fresco por 14,6% sem qualquer efeito na produção de fração de produto ou pureza. A proporção de W/F para a separação foi 1,7.

Exemplo 5. Fração de glicose diluída usada como um eluente em separação de SMB de glicose-frutose

[000195] O equipamento de processo inclui três colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. O equipamento também inclui um tanque, bomba de alimentação de glicose diluída, linhas, meios de controle de fluxo e válvulas para glicose diluída a ser usada como uma substituição de eluente de água. A altura de cada coluna foi 4,0 m, e cada coluna tem um diâmetro de 0,2 m e um volume de resina de 125 litros cada. As colunas foram acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo gel de ácido forte (fabricada por Finex) na forma de Ca^{2+} . O teor de divinilbenzeno da resina foi 5,5%, e o tamanho de gota médio da resina foi 0,36 mm.

[000196] Como uma alimentação, sacarose invertida foi usada, e o objetivo foi separar glicose e frutose em frações diferentes. A concentração de licor foi 64,9 g/100 ml. A alimentação foi composta conforme colocado abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E5-1

Composição da alimentação, % em PS	
Frutose	49,2
Glicose	49,0

Composição da alimentação, % em PS	
Dissacarídeos	0,8
Outros	1,0

[000197] O fracionamento foi realizado por meio de uma sequência de SMB de 15 etapas conforme colocado abaixo. A alimentação e o eluente foram usados a uma temperatura de 65°C. Água foi usada como um eluente. Uma porção diluída de fração de glicose de todas as colunas foi coletada em um tanque para ser usada como uma substituição de eluente (PARTE).

[000198] Etapa 1: 8,21 l de água foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 130 l/h, e uma fração de glicose diluída foi coletada a partir da primeira coluna .

[000199] Etapa 2: 17,9 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 18,4 l de água foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de frutose foi coletada a partir da mesma coluna. A coluna 3 ficou esperando a próxima etapa.

[000200] Etapa 3: 1,8 l de água foi bombeado na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 120 l/h, e a fração de glicose foi coletada a partir da primeira coluna.

[000201] Etapa 4: 8,2 l de fração de glicose diluída foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 120 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da primeira coluna.

[000202] Etapa 5: 58,8 l foram circulados no circuito fechado de ajuste da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 130 l/h.

[000203] Etapa 6: 8,2 l de água foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 130 l/h, e uma fração de glicose diluída foi coletada a partir da segunda coluna.

[000204] Etapa 7: 17,9 l de solução de alimentação foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 18,4 l de água foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de frutose foi coletada a partir da mesma coluna. A coluna 1 ficou esperando para a próxima etapa.

[000205] Etapa 8: 1,8 l de água foi bombeado na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 120 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da segunda coluna.

[000206] Etapa 9: 8,2 l de fração de glicose diluída foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 120 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da segunda coluna.

[000207] Etapa 10: 58,8 l foram circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 130 l/h.

[000208] Etapa 11: 8,2 l de água foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 130 l/h, e uma fração de glicose diluída foi coletada a partir da terceira coluna.

[000209] Etapa 12: 17,9 l de solução de alimentação foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 18,4 l de água foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de frutose foi coletada a partir da mesma coluna. A coluna 2 ficou esperando para a próxima etapa.

[000210] Etapa 13: 1,8 l de água foi bombeado na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 120 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da terceira coluna.

[000211] Etapa 14: 8,2 l de fração de glicose diluída foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 120 l/h, e uma fração de glicose foi coletada a partir da terceira coluna.

[000212] Etapa 15: 58,8 l foram circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 130 l/h.

[000213] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações foram retiradas a partir do sistema: uma fração enriquecida de glicose diluída (PARTE) de cada coluna, uma fração enriquecida com glicose de cada coluna, e uma fração enriquecida com frutose de cada coluna. As frações de glicose diluída (PARTE'S) de cada coluna foram usadas como uma substituição de eluente de água. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para as frações combinadas são colocados na tabela abaixo.

Tabela E5-2

	Frutose Combinada	Glicose Combinada	Glicose Diluída
Volume, l	55,2	83,7	24,6
Sólidos secos, g/100ml	30,6	21,1	2,8
Frutose, % em DS	96,2	2,9	0,5
Glicose, % em DS	0,6	94,3	92,4
Dissacarídeos, % em DS	0,5	1,4	5,0
Outros, % em DS	2,7	1,4	2,1

[000214] O rendimento total de frutose calculado a partir destas frações foi 96,9%. A proporção de W/F para a separação foi 1,6 e acima de 20% de fração de glicose foi reutilizada como um eluente substituto para reduzir a demanda de evaporação.

Exemplo 6. Separação de produção de cristalização de frutose

[000215] O equipamento de processo inclui duas colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. O equipamento também inclui um tanque, uma PARTE de bomba de alimentação, linhas, meios

de controle de fluxo e válvulas para a PARTE de fração a ser usada como uma substituição de eluente de água. A altura de ambas as colunas é 3,95 m, e ambas as colunas têm um diâmetro de 0,2 m. As colunas são acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo de gel de ácido forte (fabricada por Finex) na forma de Na⁺. O teor de divinilbenzeno da resina é 5,5% e o tamanho de gota médio da resina é 0,36 mm.

[000216] Como uma alimentação, uma produção de cristalização de frutose é usada, e o objetivo é separar a frutose contida na mesma.

[000217] A concentração de licor é 66,1 g/100ml, e o pH é 3,8. A produção de cristalização de frutose é composta conforme colocado abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E6-1

Composição da alimentação, % em DS	
Frutose	92,0
Glicose	2,7
Dissacarídeos A	1,9
Dissacarídeos	B1,7
Outros	1,7

[000218] O fracionamento é realizado de acordo com a Patente dos Estados Unidos 6 896 811 que circula o perfil de separação 1,5 vez através do leito de separação por meio de uma sequência de SMB de 14 etapas conforme colocado abaixo. A alimentação e o eluente são usados a uma temperatura de 65°C e água é usada como um eluente.

[000219] Etapa 1: 13 l de solução de alimentação são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e uma fração de reciclagem é coletada a partir da segunda coluna. Durante o final desta etapa, aproximadamente 4 l de perfil de separação a ser usado como uma fração de PARTE são transferidos para a segunda coluna.

[000220] Etapa 2: 22 l de solução de alimentação são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e uma fração residual é coletada a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 8 l de fração de PARTE, seguido por 39 l de água são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 190 l/h, e fração de frutose é coletada a partir da mesma coluna.

[000221] Etapa 3: 54 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 90 l/h.

[000222] Etapa 4: 24 l de água são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 20 l de fração residual são coletados a partir da segunda coluna.

[000223] Etapa 5: 57 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 90 l/h.

[000224] Etapa 6: 25 l de água são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 21 l de uma fração residual, são coletados a partir da primeira coluna.

[000225] Etapa 7: 48 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 90 l/h.

[000226] Etapa 8: 13 l de solução de alimentação são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e a fração de reciclagem é coletada a partir da primeira coluna. Durante o final desta etapa, aproximadamente 4 l de perfil de separação a ser usado como uma fração de PARTE são transferidos para a primeira coluna.

[000227] Etapa 9: 22 l de solução de alimentação são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e uma fração residual é coletada a partir da mesma coluna.

[000228] Simultaneamente, 8 l de fração de PARTE, seguido por 39 l de água, são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 190 l/h, e fração de frutose é coletada a partir da mesma coluna.

[000229] Etapa 10: 54 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 90 l/h.

[000230] Etapa 11: 24 l de água são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 20 l de fração residual, são coletados a partir da primeira coluna.

[000231] Etapa 12: 57 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 90 l/h.

[000232] Etapa 13: 25 l de água são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 90 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 21 l de fração residual, são coletados a partir da segunda coluna.

[000233] Etapa 14: 48 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 90 l/h.

[000234] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações são retiradas a partir do sistema: duas frações de PARTE de ambas as colunas, três frações residuais de ambas as colunas, a fração contendo frutose e uma fração de reciclagem de ambas as colunas. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para as frações combinadas, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E6-2

	Frutose	Residual	Reciclagem	PORTE
Volume,	94,0	126,0	26,0	16,0
Sólidos secos, g/100ml	38,8	2,0	28,2	0,85
Frutose, % em DS	94,9	55,4	91,3	41,2
Glicose, % em DS	1,3	19,6	3,9	21,5
Dissacarídeos A, % em DS	0,6	8,7	1,5	8,2
Dissacarídeos B, % em ds	0,7	8,7	1,3	13,1
Outros, % em DS	2,5	7,6	2,0	16,0

[000235] O rendimento total de frutose calculado destas frações é 96,1%.

[000236] A proporção de W/F para a separação é 2,5. Mais de 15% da fração residual é usado como fração de PARTE para substituir o

eluente e reduzir a demanda de evaporação.

Exemplo 7. Separação de hidrolisado de maltose

[000237] O equipamento de processo inclui duas colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. O equipamento também inclui um tanque, uma bomba de alimentação de PARTE, linhas, meios de controle de fluxo e válvulas para a fração de PARTE a ser usada como uma substituição de eluente de água. A altura de ambas as colunas é 4,04 m, e ambas as colunas têm um diâmetro de 0,2 m. As colunas são acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo de gel de ácido forte (manufaturada por Finex) na forma de Na^+ . O teor de divinilbenzeno da resina é 5,5%, e o tamanho de gota médio da resina é 0,33 mm.

[000238] Como uma alimentação, hidrolisado de maltose é usado, e o objetivo é separar a maltose contida na mesma.

[000239] A concentração de licor é 56,4 g/100ml e o pH é 4,4. O hidrolisado de maltose é composto conforme colocado abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E7-1

Composição da alimentação, % em PS	
Oligômeros	2,6
Maltotriose	1,4
Glicose	6,5
Maltose	85,3
Outros	4,2

[000240] O fracionamento é realizado por meio de uma sequência de SMB de 10 etapas conforme colocado abaixo. A alimentação e o eluente são usados a uma temperatura de 60°C, e água é usada como um eluente.

[000241] Etapa 1: 14 l de solução de alimentação são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 63 l/h, e a fração de reciclagem é coletada a partir da segunda coluna.

[000242] Etapa 2: 18 l de solução de alimentação são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 42 l/h, e uma fração residual é coletada a partir da mesma coluna. Simultaneamente, primeiro, 12 l de água, seguido por 12 l de fração de PARTE, e finalmente 21 l de água são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 110 l/h, e uma fração de maltose é coletada a partir da mesma coluna.

[000243] Etapa 3: 8 l de solução de alimentação são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 63 l/h, e uma fração de maltose é coletada a partir da segunda coluna.

[000244] Etapa 4: 35,9 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 63 l/h.

[000245] Etapa 5: 17 l de água são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 63 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 13 l de fração residual, são coletados a partir da segunda coluna.

[000246] Etapa 6: 41,9 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 63 l/h.

[000247] Etapa 7: 21 l de água são bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 63 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 17 l de fração residual, são coletados a partir da primeira coluna.

[000248] Etapa 8: 41,9 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 63 l/h.

[000249] Etapa 9: 21 l de água são bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 63 l/h, e primeiro, 4 l de fração de PARTE, seguido por 17 l de fração residual, são coletados a partir da segunda coluna.

[000250] Etapa 10: 31,9 l são circulados no circuito fechado de ajuste de coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 63 l/h.

[000251] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações são retira-

das a partir do sistema: três frações de PARTE, quatro frações residuais, duas frações contendo maltoses e uma fração de reciclagem. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para as frações combinadas, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E7-2

	Maltose	Residual	Reciclagem	PARTE
Volume, l	53,0	65,0	14,0	12,0
Sólidos secos, g/100ml	31,2	5,0	18,0	5,1
Oligômeros, % em DS	0,3	15,4	2,3	12,2
Maltotriose, % em DS	0,8	4,4	3,2	3,1
Glicose, % em DS	1,5	34,2	5,8	44,2
Maltose, % em DS	96,9	26,0	87,7	9,7
Outros, % em DS	0,5	20,0	1,0	30,8

[000252] O rendimento total de maltose calculado destas frações é 95,0%. A proporção de W/F para a separação é 2,3. Mais de 15% da fração residual é usado como uma fração de PARTE para substituir o eluente e reduzir a demanda de evaporação.

Exemplo 8

Separação de SMB cromatográfica de vinhoto

[000253] O equipamento de processo inclui seis colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de circulação, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. A altura das primeiras quatro colunas foi 2 m, e a altura das últimas duas colunas foi 1,5 m, e cada coluna tem um diâmetro de 0,2 m (exceto a primeira coluna 0,21 m). As primeiras quatro colunas (tendo um volume total de 254 l) foram acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo gel de ácido forte (fabricada por Mitsubishi) na forma de Na⁺. O teor de divinilbenzeno da resina foi 6,0%, e o tamanho de gota médio da resina foi 0,2 mm. As duas últimas colunas 5 e 6 (tendo um volume total de 95 l, que compreende 27% do volume total do sistema de separação) foram

acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo gel fracamente ácido (manufaturado por Finex) na forma de H^+ . O teor de divinilbenzeno da resina foi 8,0% e o tamanho de gota médio da resina foi 0,43 mm. Antes da separação, licor de vinhoto foi diluído com água a cerca de 45 % em peso e microfiltrado pelo uso de Scepter 0,1 μm membrana. O pH foi ajustado a uma faixa de 5,5 a 6,0 com NaOH, e após isto, vinhoto foi pré-revestido filtrado usando-se terra diatomácea como um auxiliador de filtro. A quantidade do pré-revestido foi 1 kg/m², a quantidade da alimentação de corpo foi 0,5% em DS, e a temperatura foi 80°C. A alimentação foi composta conforme colocado abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de DS.

Tabela E8-1

Composição da alimentação, % em DS	
Alimentação DS g/100 g	37,8
Betaína	15,9
Glicerol	12,5
Inositol	0,5
Frutose	1,7
Outros	69,4
pH	5,13

[000254] O fracionamento foi realizado por meio de uma sequência de SMB de 10 etapas conforme colocado abaixo. O objetivo da separação foi separar betaína e reciclar glicerol de volta em uma separação de SAC de modo a reduzir consumo de água eluente, bem como obter muito do glicerol a ser eluído em frações residuais. A alimentação e o eluente foram usados a uma temperatura de 80°C, e água de troca de íon foi usada como o eluente.

[000255] Etapa 1: 7,0 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração de reciclagem foi coletada a partir da quarta coluna. Simultaneamente, 4,0 l foi circulado no circuito fechado da coluna, formado com colunas cinco e seis, a uma taxa de fluxo de 40 l/h.

[000256] Etapa 2: 10,0 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração de reciclagem foi coletada a partir da sexta coluna. Simultaneamente, uma porção de uma parte do perfil de separação enriquecida em betaína e glicerol foi transferida a partir do leito de SAC (da coluna 4) para o leito de WAC (para coluna 5).

[000257] Etapa 3: 9,0 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da terceira coluna. Simultaneamente, 8,0 l de água foram bombeados na quarta coluna a uma taxa de fluxo de 40 l/h, e uma fração de betaína foi coletada a partir da última coluna. Simultaneamente, uma porção de uma parte do perfil de separação enriquecida em betaína e glicerol foi transferida a partir do leito de SAC (da coluna 4) para o leito de WAC (para coluna 5).

[000258] Etapa 4: A primeira coluna foi mantida durante esta etapa. 8,0 l de solução de alimentação foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da terceira coluna. Simultaneamente, 4,0 l de água foram bombeados na quarta coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração de betaína foi coletada da última coluna. Simultaneamente, uma porção de uma parte do perfil de separação enriquecida em betaína e glicerol foi transferida a partir do leito de SAC (da coluna 4) para o leito de WAC (para coluna 5).

[000259] Etapa 5: 4,0 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 40 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 13,0 l de água foram bombeados na segunda coluna, e uma fração de betaína foi coletada a partir da última coluna. Simultaneamente, uma porção de uma parte do perfil de separação enriquecida em betaína e glicerol foi transferida a partir do leito de SAC (da coluna 4) para o leito de

WAC (para coluna 5).

[000260] Etapa 6: 6,0 l de água foram bombeados na segunda coluna tendo uma circulação de circuito fechado a partir da quarta coluna na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da primeira coluna. Simultaneamente, 5,0 l de circulação foram iniciados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 5 e 6, a uma taxa de fluxo de 55 l/h.

[000261] Etapa 7: 11,0 l de circulação no circuito fechado da coluna, formado com colunas 1, 2, 3 e 4, a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e simultaneamente, 6,0 l de circulação foram continuados no circuito fechado da coluna, formado com colunas 5 e 6, a uma taxa de fluxo de 35 l/h.

[000262] Etapa 8: 6,0 l de água foram bombeados na quinta coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração de circulação de glicerol foi circulada da coluna 6 a coluna 1, e uma fração residual foi coletada a partir da quarta coluna.

[000263] Etapa 9: 20,0 l de água foram bombeados na quinta coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração de circulação de glicerol foi circulada da coluna 6 para coluna 1, e uma fração residual foi coletada a partir da segunda coluna. Simultaneamente, 20,0 l de água foram bombeados na terceira coluna, e uma fração residual foi coletada a partir da quarta coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h.

[000264] Etapa 10: 10,0 l de água foram bombeados na quinta coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração de circulação de glicerol da coluna 6 foi circulada para coluna 3, e a saída de fluxo da coluna 4 foi circulada na coluna 1, e uma fração residual foi coletada a partir da segunda coluna.

[000265] O volume do leito de WAC foi 27% do volume total de leito de resina da sistema de separação. O volume da fração de transferência (uma parte do perfil de separação enriquecida em betaína e glicerol) transferida da coluna 4 para a coluna 5 (a partir do leito de SAC

para o leite de WAC) nas etapas 2, 3, 4 e 5 foi 35 l (37% do volume do leite de WAC).

[000266] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações foram retiradas do sistema: uma fração residual das colunas 1, 2, 3 e 4, frações de reciclagem da quarta coluna e fração de produto de betaína a partir da última coluna. Os resultados, incluindo análise de HPLC, para as frações combinadas, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E8-2

	Residual Combinado	Reciclagem	Beta
Volume, l	83,0	17,0	25,0
Sólidos secos, g/100ml	12,9	8,4	5,3
Betaína, % em DS	2,6	41,4	85,0
Glicerol, % em DS	8,9	38,0	6,4
Inositol, % em DS	0,5	1,2	0,2
Frutose, % em DS	1,3	5,5	0,3
Outros, % em DS	86,7	14,0	8,3

[000267] O rendimento total de betaína calculado destas frações foi 80,0%.

[000268] A fração de glicerol a partir do leite de WAC de resina foi introduzido nas colunas entre alimentações sucessivas (etapas 8 e 9) ou perfis (etapa 10) a serem retirados em frações residuais junto com sais. Neste exemplo, uma fração de circulação de glicerol foi circulada de volta às colunas 1 e 3. Mais de 95% do glicerol da alimentação foi retirado das colunas preenchidas com a resina de SAC. Do mesmo, cerca de 60% de glicerol foram retirados em frações residuais e 35% de glicerol foram retirados em uma fração de reciclagem. O teor de sólidos secos das frações residuais foi aumentado, e o volume das frações residuais foi reduzido por circulação de uma parte das frações residuais das colunas 1 e 3 de modo a obtê-las para eluir simultaneamente com frações residuais dos seguintes perfis. Somente frações residuais e de betaína foram retiradas do sistema, e a proporção de

W/F (água para alimentação) foi 3,2. Quando as frações residuais e de betaína são evaporadas a 60 % em peso, a remoção de condensados é 81,4 kg por kg de betaína. A demanda de evaporação foi reduzida 21% conforme comparada com um curso do teste, onde glicerol não foi introduzido de volta à separação.

Exemplo 9

Separação de SWIB cromatográfica de melão de beterraba- PRTES contendo betaína

[000269] O equipamento de processo inclui três colunas ligadas em série, uma bomba de alimentação, bombas de reciclagem, uma bomba de água eluente, trocadores de calor, meios de controle de fluxo para saída-entrada de líquidos, bem como válvulas de admissão e de produto para as várias correntes de processo. O equipamento também inclui um tanque de substituição de eluente, uma bomba de alimentação para a solução de substituição de eluente, linhas, meios de controle de fluxo e válvulas para as frações a serem usadas como uma substituição de eluente de água. A altura de todas as três colunas foi 5,0 m, e seu diâmetro foi 0,111 m. O volume total de leito de resina do sistema de três colunas foi $3 \times 48,4 \text{ l} = 145,2 \text{ litros}$. As colunas foram acondicionadas com uma resina de troca de cátion do tipo de gel de ácido forte (fabricada por Finex) na forma de Na^+ . O teor de divinilbenzeno da resina foi 5,5%, e o tamanho de gota médio da resina foi 0,33 mm.

[000270] Antes da separação, melão de beterraba foi diluído com água de troca de íon a 60 % em peso e 1,5% de carbonato de sódio em DS foi adicionado. A solução foi, em seguida, ajustada em pH com NaOH a um pH de cerca de 9,7, aquecida a 60°C, e resfriada a 40°C durante 15 horas de mistura. Após isto, melão de beterraba foi pré-revestido filtrado usando-se terra diatomácea como um auxiliador de filtro. A quantidade do pré-revestido foi 1 kg/m^2 , a quantidade da alimentação de corpo foi 0,5% em DS, e a temperatura foi 60°C. Uma

ajuste de pH final foi efetuado com HCl a pH 8,6.

[000271] Para os testes de separação, o melaço de beterraba foi ainda evaporado a 78 % em peso e filtrado através de um filtro de saco de 5 µm. Durante os testes, a substância seca de alimentação foi ajustada por mistura de 78 % em peso de melaço de beterraba com uma fração de reciclagem coletada em um tanque separado antes da alimentação para a coluna. A alimentação no teste foi composta conforme colocado abaixo, pelo que as percentagens são dadas em uma base de peso de substância seca.

Tabela E9-1

Composição de alimentação	
Sólidos secos, % em peso	45,6
Sacarose, % em DS	60,3
Betaína, % em DS	4,0
Outros, % em DS	35,7

[000272] O fracionamento foi realizado por meio de um sistema de leito de movimento simulado sequencial (SMB) pelo uso de um modo de processo especial descrito na Patente dos Estados Unidos 6 896 811 por circulação do perfil de separação formado duas vezes através do leito de resina do sistema de SMB e usando uma sequência de SMB de 16 etapas conforme colocado abaixo. O objetivo da separação foi separar sacarose e betaína contidas no mesmo. A alimentação e o eluente foram usados a uma temperatura de 80°C, e água de troca de íon foi usada como um eluente.

[000273] Etapa 1: 2,8 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 50 l/h, e uma fração de reciclagem de sacarose foi coletada a partir da última coluna.

[000274] Etapa 2: 10,4 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 33 l/h, e primeiro, 4,0 l de PARTE contendo betaína (B1+ R1) e 15, em seguida, 6,4 l de uma

fração residual foram coletados a partir da mesma coluna. Simultaneamente, 19,4 l de eluente foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 79 l/h, e primeiro, 8,7 l de uma fração de reciclagem e, em seguida, 10,7 l de fração de reciclagem de sacarose foram coletados a partir da última coluna.

[000275] Etapa 3: 6,0 l de solução de alimentação foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 55 l/h, e uma fração de sacarose foi coletada a partir da última coluna.

[000276] Etapa 4: 7,6 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 60 l/h.

[000277] Etapa 5: 4,5 l de eluente foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 60 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da segunda coluna.

[000278] Etapa 6: 14,8 l de eluente foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 70 l/h, e primeiro, 2,0 l de PARTE contendo betaína (B2), em seguida, 10,8 l de fração de betaína, e, finalmente, 2,0 l de PARTE contendo betaína (B3) foram coletados a partir da última coluna. Frações de PARTE foram coletadas em um tanque separado e usadas como uma substituição de eluente.

[000279] Etapa 7: 17,3 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 65 l/h. A circulação foi continuada 4 litros mais do que no teste de referência para usar uma parte da fração residual da coluna 3 como uma PARTE (R 3) na concentração de diluto como um substituidor da água eluente. O movimento da parte frontal dos componentes da PARTE (R 3) (sais, ácidos orgânicos etc.) é calculado pelo uso de um volume de retenção de 30% de BV.

[000280] Etapa 8: 7,5 l de água eluente foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da terceira coluna.

[000281] Etapa 9: 11,0 l de PARTE contendo betaína e componentes residuais (B1+R1, B2, B3, B4+ R3) foram bombeados na primeira coluna como uma substituição de eluente de água a uma taxa de fluxo de 60 l/h, e a coleta de uma fração residual a partir da terceira coluna foi continuada. O cálculo do movimento dos componentes nas PARTES foi feito em uma maneira similar àquela usada nos exemplos anteriores.

[000282] Etapa 10: 16,8 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 70 l/h.

[000283] Etapa 11: 4,1 l de água eluente foram bombeados na segunda coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da primeira coluna .

[000284] Etapa 12: 13,3 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 60 l/h.

[000285] Etapa 13: 15,0 l de água eluente foram bombeados na terceira coluna a uma taxa de fluxo de 60 l/h, e uma fração residual foi coletada a partir da segunda coluna.

[000286] Etapa 14: 13,2 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 70 l/h.

[000287] Etapa 15: 15,0 l de água eluente foram bombeados na primeira coluna a uma taxa de fluxo de 65 l/h, e primeiro, 3,0 l de uma PARTE contendo betaína (B4+ R3) e, em seguida, 12,0 l de uma fração residual foram coletadas a partir da terceira coluna. A fração de PARTE (B4+ R3) foi coletada no tanque separado e usada como substituição de eluente na etapa 9.

[000288] Etapa 16: 10,7 l foram circulados no circuito fechado da coluna, formado com todas as colunas, a uma taxa de fluxo de 65 l/h.

[000289] Após equilíbrio do sistema, as seguintes frações foram retiradas do sistema: duas frações residuais de todas as colunas, frações de PARTE contendo betaína usadas como uma substituição de eluen-

te a partir das primeira e última colunas, frações de reciclagem a partir da última coluna, frações de produto de sacarose a partir da última coluna, e uma fração de produto de betaína a partir da última coluna.

[000290] Os resultados, incluindo análise de HPLC, para o residual combinado, reciclagem, sacarose, betaína e frações de PARTE, são colocados na tabela abaixo.

Tabela E9-2

	Residual Combinado	Reciclagem Combinado	Sacarose Combinado	Betaína Combinada	PARTE Combinada
Volume, l	60,5	11,5	16,7	10,8	11,0
Sólidos secos, % em peso	4,7	17,2	29,1	3,4	1,8
Sólidos secos, g/100ml	4,8	18,3	32,6	3,4	1,8
Sacarose % em DS	5,5	55,5	94,6	1,0	2,3
Betaína, % em DS	1,2	3,3	0,1	82,0	49,7
Outros, % em DS	93,3	41,2	5,3	17,0	48,0

[000291] O rendimento total calculado destas frações é 96,9% para sacarose e 88,4% para betaína. A proporção de W/F (vol/vol) para a separação foi 4,2. No experimento, o teor de sólidos secos e teor de betaína da fração de betaína foram aumentados por circulação de betaína a partir das frações de PARTE contendo betaína (como quatro PARTES diferentes) à fração de reciclagem e de volta para a solução de alimentação. No experimento, a concentração da fração residual foi aumentada por circulação de componentes residuais a partir das frações de PARTE para as frações residuais. A fração residual foi adicionalmente concentrada por circulação da primeira parte dos componentes residuais dentro do sistema de separação nas etapas 7 e 10. Em um processo de separação de referência sem tomar e reciclar frações de PARTE contendo betaína e residual, o rendimento de betaína na fração de betaína foi somente 73,1% e o teor de betaína foi 79,5% em

DS, o volume residual combinado foi 73,7 litros e a proporção de separação de W/F foi 4,9.

[000292] Pelo uso das circulações de PARTES, a quantidade de água eluente foi reduzida por 18% conforme comparada com o curso de referência sem usar as PARTES.

[000293] Em uma escala industrial, o tanque intermediário separado para PARTES pode servir vários sistemas de SMB que operam com a mesma alimentação de melaço. É também possível usar frações de PARTE coletadas de separações diferentes considerando-se que os componentes presentes nas frações de PARTE podem ser retirados no produto desejado ou frações residuais. Por exemplo, frações residuais contendo betaína de outras separações de melaço de betaína podem ser usadas aqui como uma fração de PARTE.

[000294] Será óbvio a um versado na técnica que, conforme os avanços da tecnologia, o conceito inventivo pode ser implementado em vários modos. A invenção e suas concretizações não são limitadas aos exemplos descritos acima, mas podem variar dentro do escopo das reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para fracionamento de uma solução contendo pelo menos um componente selecionado dentre açúcares, álcoois de açúcar, ácidos de açúcar e betaína em um sistema de separação cromatográfica, que compreende uma ou mais colunas contendo um ou mais leitos acondicionados parciais, caracterizado pelo fato de que compreende

alimentar a solução no sistema de separação,

introduzir um eluente no sistema de separação para eluir componentes da solução para formar um perfil de separação, e

recuperar uma ou mais frações de produto enriquecidas em um componente de produto selecionado dentre açúcares, álcoois de açúcar, ácidos de açúcar, e betaína, uma ou mais frações residuais, e, opcionalmente, uma ou mais frações de reciclagem, e

compreendendo ainda

introduzir uma ou mais partes do perfil de separação a uma ou mais posições de introdução de eluente do sistema de separação em uma ou mais fases de alimentação de parte para substituir uma porção do eluente, as referidas partes compreendendo um ou mais componentes selecionados de componentes de produto e componentes residuais,

mover referidas partes com seus componentes para frente no sistema de separação usando uma sequência de etapas, etapas as quais compreendem uma ou mais de uma fase de alimentação, uma fase de circulação, e uma fase de eluição, e

retirar os componentes de referidas partes durante a mesma ou seguidas sequências de separação em uma ou mais frações residuais e/ou em uma ou mais frações de reciclagem e/ou em uma ou mais frações de produto,

em que a referida parte é qualquer seção do perfil de sepa-

ração que contém líquido e componentes nesta seção e que é usada como substituição de eluente,

em que o volume, posição de introdução e etapa de introdução de referidas partes são determinados com base nos volumes de retenção dos componentes de referidas partes, o volume do leito de resina através do qual os componentes das partes passam e o volume das etapas movem os componentes das partes a partir da posição de introdução para a posição de retirada alvo calculada dos componentes durante as referidas mesmas ou seguidas sequências de separação, enquanto mantém essencialmente ou aperfeiçoa a pureza da(s) fração(ões) de produto, e a produção dos componentes de produto.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os componentes de referidas partes são essencialmente retirados durante as seguintes sequências de separação 1 a 4.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o sistema de separação cromatográfica é um sistema de batelada.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o sistema de separação cromatográfica é um sistema de leito de movimento simulado sequencial (SMB).

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o sistema SMB cromatográfico sequencial contém um ou mais circuitos fechados no sistema.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o sistema SMB cromatográfico sequencial contém um ou mais perfis de separação em um circuito fechado.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o perfil de separação é circulado mais do que uma vez ou menos do que uma vez através do leito de resina do sistema durante um ciclo.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidos açúcares são selecionados dentre xilose, frutose, glicose, manose, arabinose, galactose, ramnose, fucose, sacarose, maltose, levoglucosan, ribose, isomaltulose, tagatose, trealose, trealulose e psicose.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidos açúcares são selecionados dentre xilose, frutose e maltose.

10. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidos alcoóis de açúcar são selecionados dentre xilitol, manitol, sorbitol, inositol, maltitol, isomalt e eritritol.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidos ácidos de açúcar são selecionados dentre hidroxi ácidos, ácidos carboxílicos tais como ácidos aldônicos, por exemplo, ácido xilônico, ácido glucônico e ácido itacônico, e ácidos urônicos, tais como ácido glucurônico e ácido galacturônico.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidos componentes residuais de referidas partes são selecionados dentre lignossulfonatos, oligossacarídeos, sais, ácidos orgânicos, e ácidos inorgânicos e sais dos mesmos, compostos de coloração, aminoácidos e glicerol, bem como açúcares, álcoois de açúcar e ácidos de açúcar diferentes dos açúcares de produtos, álcoois de açúcar e ácidos de açúcar.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas partes têm um teor de sólidos secos de 0,2 a 50%, preferivelmente 1 a 30%.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o teor de xilose de referidas partes está em uma faixa de 0 a 75% em DS, preferivelmente 0 a 15% em DS.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracteri-

zado pelo fato de que referidas uma ou mais partes são partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira de um subperfil de componente de produto selecionado de um subperfil de açúcar, um subperfil de álcool de açúcar, um subperfil de ácido de açúcar, e um subperfil de betaína.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas uma ou mais partes são partes de inclinação frontal e/ou partes de inclinação traseira de um primeiro subperfil de componente de produto,

elas são introduzidas de volta ao referido sistema de separação para substituir uma porção da água eluente, e

durante a próxima sequência, referido primeiro componente de produto de referida parte de inclinação frontal e/ou parte de inclinação traseira é retirado em uma fração de reciclagem de um segundo componente de produto a ser reciclado para a alimentação e para ser recuperado em uma fração do primeiro componente de produto.

17. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas uma ou mais partes são partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira de um subperfil residual.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que referidas partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira de um subperfil residual são introduzidas de volta ao referido sistema de separação para substituir uma porção da água eluente, e componentes residuais de referidas partes de inclinação frontal ou partes de inclinação traseira são retirados em mais do que uma fração residual durante a mesma ou seguintes sequências 1 a 4.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o volume de referidas partes é 1 a 50% do volume de todas as etapas de mover o perfil de separação para frente durante uma sequência de separação.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o volume de referidas partes é preferivelmente menor do que aquele da fração de reciclagem ou fração de resíduo em que os componentes de referidas partes são para serem retirados.

21. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas partes são introduzidas no sistema de separação como um perfil de separação intacto.

22. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas partes são coletadas em um tanque separado e introduzidas no sistema de separação a partir do tanque.

23. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas partes são selecionadas dentre

partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil do primeiro componente de produto e partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil residual,

referidas partes são introduzidas de volta ao sistema de separação para substituir uma porção da água eluente,

o primeiro componente de produto de referidas partes e/ou os componentes residuais de referidas partes são retirados durante a próxima sequência em uma fração de reciclagem de um segundo componente de produto, fração a qual é reciclada para a alimentação, seguido por

recuperação do primeiro componente de produto de referidas partes na fração do primeiro componente de produto e/ou recuperação dos componentes residuais de referidas partes nas frações residuais durante as seguintes sequências de separação.

24. Processo, de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que referidas frações de reciclagem do segundo componente de produto são selecionadas de partes de inclinação frontal e partes de inclinação traseira de um subperfil do segundo compo-

nente de produto.

25. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referida solução contendo pelo menos um componente selecionado de açúcares, álcoois de açúcar, ácidos de açúcar e betaína é um extrato à base de planta, hidrolisado, ou um derivado dos mesmos.

26. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referida solução é selecionada dentre um licor de gasto de sulfito, um hidrolisado de amido, e a solução derivada de beterraba sacarina, tais como melaço, vinhaças, e produtos de fermentação dos mesmos, por exemplo, vinhoto.

27. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas partes são usadas para substituição de 5 a 70% de água eluente.

28. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o processo proporciona uma fração de componente de produto, onde o teor do componente de produto é 35 a 99% em DS.

29. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o processo proporciona uma fração de produto de xilose, que tem um teor de xilose de 35 a 80%, preferivelmente 40 a 75%, em DS.

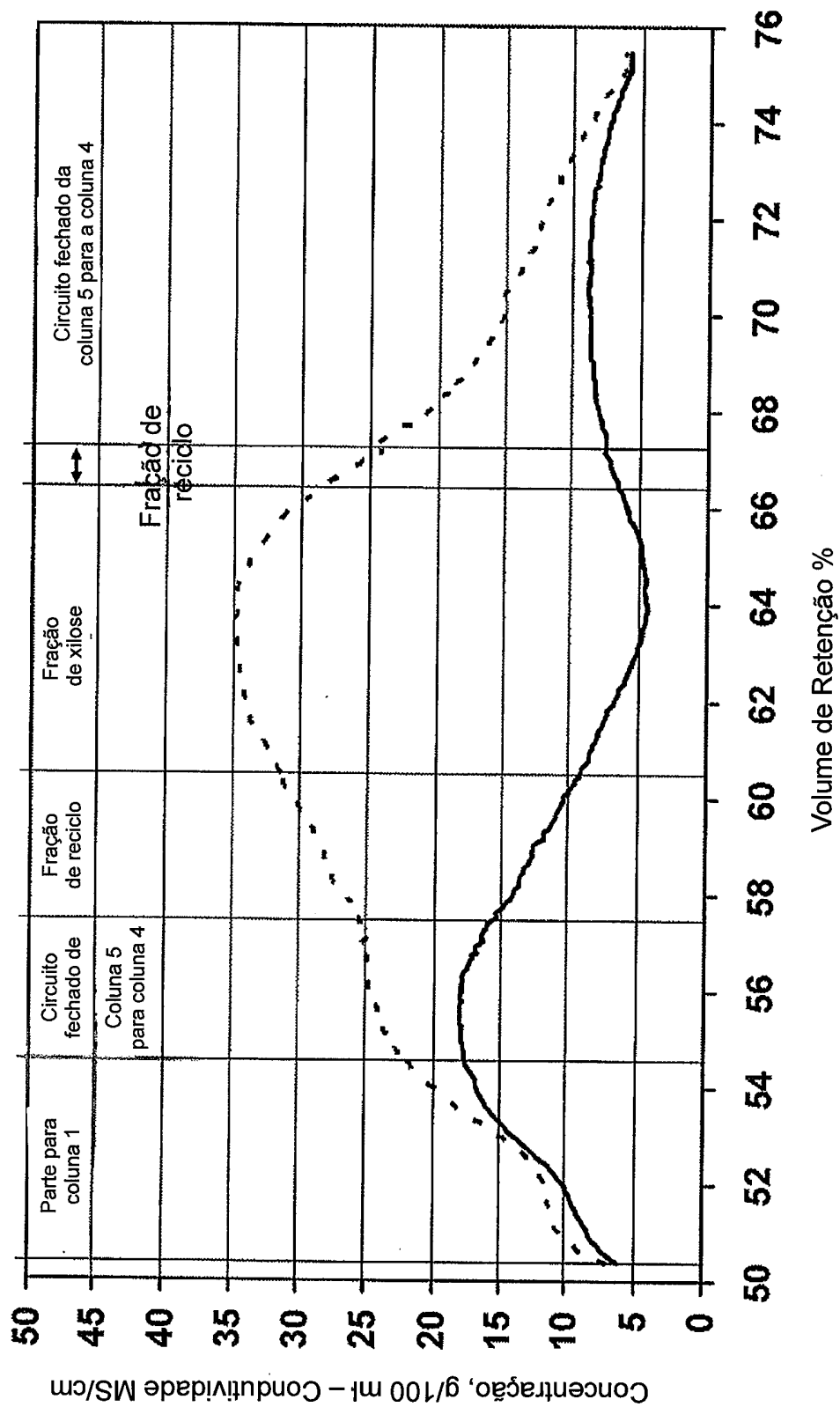
30. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o processo proporciona uma produção de componente de produto em uma faixa de 60 a 98% baseado no teor do componente de produto na solução de alimentação.

31. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o processo proporciona um rendimento de xilose de mais do que 85%, preferivelmente mais do que 90%, e, mais preferivelmente mais do que 95%, baseado no teor de xilose na solução de

alimentação.

32. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que referidas uma ou mais partes de um perfil de separação são introduzidas em uma ou mais posições de introdução de eluente dentro do mesmo sistema de separação ou em uma ou mais posições de introdução de eluente em outros sistemas de separação paralelos similares, ou em sistemas de separação diferentes.

FIG. 1



Pontos cortados - Condutividade, MS/cm - Concentração, g/100 ml