

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 613 665**

(51) Int. Cl.:

C13K 1/02 (2006.01)
B01D 61/02 (2006.01)
B01D 61/14 (2006.01)
B01D 61/58 (2006.01)
B01D 65/02 (2006.01)
C13B 20/16 (2011.01)
C07H 3/02 (2006.01)
C07H 3/04 (2006.01)
C07H 3/06 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.02.2012** PCT/JP2012/053771

(87) Fecha y número de publicación internacional: **23.08.2012** WO2012111794

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.02.2012** E 12746912 (0)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017** EP 2677042

(54) Título: **Procedimiento para producir una solución de azúcar**

(30) Prioridad:

18.02.2011 JP 2011033398

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.05.2017

(73) Titular/es:

TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 103-8666, JP

(72) Inventor/es:

KISHIMOTO, JUNPEI;
KURIHARA, HIROYUKI;
MINAMINO, ATSUSHI y
YAMADA, KATSUSHIGE

(74) Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 613 665 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir una solución de azúcar

5 SECTOR TÉCNICO

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un líquido de azúcar a partir de celulosa.

10 ANTECEDENTES TÉCNICOS

15 En los últimos años, la utilización de la biomasa como material alternativo al petróleo ha llamado la atención debido a los problemas sobre el agotamiento de los recursos petrolíferos y el calentamiento global. En particular, se han estudiado de forma activa procedimientos para obtener azúcares mediante la hidrólisis de biomasa que contiene polisacáridos, tales como almidón y la celulosa. Esto se debe a que se pueden fabricar diversos productos químicos mediante fermentación microbiana utilizando azúcares como materia prima.

20 Un líquido de azúcar derivado de celulosa contiene partículas finas, tales como lignina, tanino, sílice, calcio y celulosa no degradada; macromoléculas solubles en agua, tales como oligosacáridos, polisacáridos, tanino y enzimas; e inhibidores de la fermentación de bajo peso molecular; como impurezas. En un procedimiento conocido para eliminar estas impurezas, las partículas finas se separan en la parte de la alimentación mediante una membrana de microfiltración, las macromoléculas solubles en agua se separan en la parte de la alimentación mediante una membrana de ultrafiltración y los inhibidores de la fermentación se extraen de la parte de la alimentación mediante una membrana de nanofiltración o una membrana de ósmosis inversa (documento de patente 1).

25 DOCUMENTOS DE LA TÉCNICA ANTERIOR

[Documentos de patente]

30 [Documento de patente 1] WO 2010/067785

35 El documento US 2005/178729 A1 da a conocer un procedimiento de lavado de membranas de ultrafiltración o microfiltración con un limpiador líquido a contralavado que reduce la velocidad de disminución de la permeabilidad de las membranas. El limpiador líquido puede ser un limpiador químico, tal como NaOCl, ácido cítrico o ácido clorhídrico, o puede ser agua caliente con una temperatura desde más de 25°C hasta 120°C.

40 A. Hinková y otros dan a conocer en Chem. Papers, 19 de marzo de 2000, páginas 375-382, la purificación del jugo de azúcar en bruto mediante microfiltración, ultrafiltración y nanofiltración. En la microfiltración y la ultrafiltración, las membranas se pueden limpiar después de la filtración a 60°C mediante el reciclado de la solución de NaClO (2%) durante un periodo de 40 a 60 minutos. Si el lavado no es suficiente, se puede llevar a cabo otra etapa con una solución de HNO₃ (1%) a 60°C.

CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCIÓN

PROBLEMAS A RESOLVER POR LA INVENCIÓN

45 Los presentes inventores descubrieron que, en el proceso de eliminación de impurezas de un líquido de azúcar derivado de celulosa utilizando una membrana de separación, se produce la obstrucción de la membrana de separación a medida que la operación continúa durante un periodo largo. En vista de esto, la presente invención tiene como objetivo dar a conocer un procedimiento para producir un líquido de azúcar derivado de celulosa utilizando 50 una membrana de separación, en el que se lava la membrana de separación obstruida con impurezas del líquido de azúcar derivado de celulosa, de manera especial con macromoléculas solubles en agua, dando a conocer de este modo un procedimiento para eliminar de manera eficaz impurezas de un líquido de azúcar derivado de celulosa.

MEDIOS PARA RESOLVER LOS PROBLEMAS

55 La presente invención está constituida por los siguientes puntos (1) a (7).

(1) Un procedimiento para producir un líquido de azúcar, comprendiendo el procedimiento la etapa de filtrar un líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una o más membranas de separación seleccionadas entre el grupo que comprende membranas de ultrafiltración, membranas de nanofiltración y membranas de ósmosis inversa, 60 caracterizado por el hecho de que el procedimiento comprende la etapa de lavar la membrana o membranas de separación después de la filtración con agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C y dicha agua caliente comprende uno o más compuestos aromáticos de bajo peso molecular seleccionados entre el grupo que comprende HMF, furfural, ácido cumárico, ácido ferúlico, cumaramida, ferulamida y vainillina, a una concentración total dentro 65 del intervalo de 50 a 10.000 ppm.

(2) El procedimiento para producir un líquido de azúcar, según el punto (1), en el que el agua caliente es un filtrado obtenido haciendo pasar un líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una membrana de nanofiltración o una membrana de ósmosis inversa.

5 (3) El procedimiento para producir un líquido de azúcar, según el punto (1) o (2), en el que la temperatura del agua caliente está dentro del intervalo de 75 a 90°C.

10 (4) El procedimiento para producir un líquido de azúcar, según cualquiera de los puntos (1) a (3), en el que el líquido de azúcar derivado de celulosa es un líquido de azúcar derivado de celulosa filtrado a través de una membrana o membranas de microfiltración.

(5) El procedimiento para producir un líquido de azúcar, según cualquiera de los puntos (1) a (4), en el que el pH del agua caliente está dentro del intervalo de 9 a 12.

15 (6) El procedimiento para producir un líquido de azúcar, según cualquiera de los puntos (1) a (5), en el que la membrana o membranas de separación se lavan mediante filtración tangencial del agua caliente a través de la membrana o membranas de separación.

20 (7) El procedimiento para producir un líquido de azúcar, según el punto (6), en el que la velocidad lineal del agua caliente sobre la superficie de la membrana es de 5 a 50 cm/s.

EFFECTO DE LA INVENCIÓN

25 Mediante la presente invención, se pueden eliminar las impurezas específicas de los líquidos de azúcar derivados de celulosa que provocan la obstrucción de una membrana de separación con un coste reducido, a la vez que se suprime el deterioro de la membrana, de manera que se puede volver a utilizar la membrana de separación obstruida en el procedimiento de producción de un líquido de azúcar derivado de celulosa.

DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

30 La figura 1 es un diagrama esquemático que muestra una constitución básica de un dispositivo de lavado de membranas de separación.

35 La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra una constitución de un dispositivo de lavado de membranas de separación que tiene una función para realizar el tratamiento de membrana de un líquido de azúcar, así como una función para realizar el lavado de una membrana de separación.

40 La figura 3 es un diagrama esquemático que muestra una constitución de un dispositivo de lavado de membranas de separación que presenta, de manera independiente, una función para realizar el tratamiento de membrana de un líquido de azúcar y una función para realizar el lavado de una membrana de separación.

La figura 4 es una vista esquemática general de un sistema para la producción de un líquido de azúcar derivado de celulosa a partir de un producto tratado previamente de una biomasa que contiene celulosa.

45 La figura 5 es un diagrama que muestra las relaciones entre las concentraciones de varios compuestos aromáticos de bajo peso molecular contenidos en el líquido de lavado y el porcentaje de filtración de la membrana después del lavado de la membrana.

DESCRIPCIÓN DE LOS SÍMBOLOS

- 50 -1- Depósito de retención del líquido de lavado
- 2- Incubadora
- 3- Bomba de circulación
- 4- Módulo de membranas de flujo tangencial
- 55 -5- Membrana
- 6- pH-metro
- 7- Controlador
- 8- Depósito de ácido/álcali
- 9- Bomba de control del pH
- 60 -10- Tubo de circulación
- 11- Manómetro
- 12- Manómetro
- 13- Manómetro
- 14- Depósito de suministro de líquido de azúcar
- 65 -15- Bomba de suministro de líquido de azúcar
- 16- Válvula de tres vías

- 17- Válvula de tres vías
- 21- Depósito de reacción de sacarificación
- 22- Medio de transferencia de emulsiones
- 23- Incubadora
- 5 -24- Dispositivo de separación sólido-líquido
- 25- Residuo sólido
- 26- Incubadora
- 27- Depósito de suministro para la membrana de ultrafiltración
- 28- Bomba de suministro para la membrana de ultrafiltración
- 10 -29- Incubadora
- 30- Módulo de la membrana de ultrafiltración
- 31- Depósito de suministro para la membrana de nanofiltración
- 32- Bomba de suministro para la membrana de nanofiltración
- 33- Incubadora
- 15 -34- Módulo de la membrana de nanofiltración
- 35- Depósito de suministro para la membrana de ósmosis inversa
- 36- Bomba de suministro para la membrana de ósmosis inversa
- 37- Incubadora
- 38- Mecanismo de control del pH
- 20 -39- Módulo de la membrana de ósmosis inversa
- 40- Bomba de lavado de membrana
- 41- Depósito de filtrado para la membrana de ósmosis inversa
- 42- Bomba del depósito de filtrado de la membrana de ósmosis inversa
- 43- Incubadora
- 25 -44- Mecanismo de control del pH

MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCIÓN

30 El líquido de azúcar derivado de celulosa, en la presente invención, significa un líquido de azúcar obtenido como resultado de la hidrólisis de una biomasa a base de madera o herbácea, que es una biomasa que contiene celulosa. El procedimiento de hidrólisis de la biomasa que contiene celulosa no está limitado y el procedimiento es, preferentemente, un procedimiento en el que se combinan de manera apropiada un ácido, un álcali, una enzima sacarificante y/o similares. El líquido de azúcar derivado de celulosa contiene monosacáridos, tales como glucosa, xilosa y manosa; y polisacáridos solubles en agua, tales como celobiosa, celooligosacáridos y xilooligosacáridos. Dichos sacáridos se pueden utilizar como materia prima de la fermentación (fuentes de carbono) para microorganismos y se pueden convertir por acción de los microorganismos en etanol, ácido láctico, aminoácidos y/o similares.

40 Además, como componentes distintos de dichos sacáridos, los líquidos de azúcar derivados de celulosa contienen diversas impurezas, tales como partículas finas, que incluyen lignina, tanino, sílice, calcio y celulosa no degradada; macromoléculas solubles en agua, que incluyen oligosacáridos, polisacáridos, tanino y enzimas; e inhibidores de la fermentación de bajo peso molecular; que no han sido degradados por el procedimiento de hidrólisis. Dichas impurezas se pueden clasificar en dos tipos, es decir, componentes solubles en agua y componentes insolubles en agua. Los componentes insolubles en agua se eliminan, preferentemente, previamente como sólidos mediante una separación sólido-líquido del líquido de azúcar derivado de celulosa.

45 Entre los ejemplos del procedimiento para la separación sólido-líquido de un líquido de azúcar derivado de celulosa se incluyen procedimientos tales como centrifugación y filtración a través de una membrana de microfiltración. Dado que la filtración a través de una membrana de microfiltración permite la eliminación incluso de componentes insolubles de tamaño micrométrico, el líquido de azúcar derivado de celulosa de la presente invención se somete, preferentemente, a filtración a través de una membrana de microfiltración antes de la filtración mencionada a continuación a través de una membrana o membranas de separación. La membrana de microfiltración puede ser una membrana de microfiltración descrita en el documento WO 2010/067785.

55 En la presente invención, el líquido de azúcar derivado de celulosa se filtra a través de una o más membranas de separación seleccionadas entre membranas de ultrafiltración, membranas de nanofiltración y membranas de ósmosis inversa. La filtración del líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una membrana o membranas de separación se puede llevar a cabo según el procedimiento descrito en el documento WO 2010/067785. De forma similar, la membrana o membranas de separación utilizadas en la presente invención pueden ser una membrana o membranas de separación descritas en el documento WO 2010/067785.

60 En los casos en los el líquido de azúcar derivado de celulosa se filtra a través de la membrana o membranas de separación descritas anteriormente, la obstrucción de la membrana o membranas de separación tiene lugar a medida que se utiliza la membrana o membranas de forma continua durante un largo periodo. En la presente invención, la membrana o membranas de separación se lavan con agua caliente (en lo sucesivo también denominado líquido de lavado) para evitar la obstrucción. La etapa de lavado de la membrana o membranas de separación con agua caliente (en lo sucesivo también denominada etapa de lavado de la membrana) se describe a continuación.

- En la etapa de lavado de la membrana de la presente invención, la membrana de separación se lava con agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C. Esto es debido a que sólo en los casos en los que se utiliza agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C para el lavado, los componentes que están unidos a la superficie y el interior de la membrana o membranas de separación, y que causan de este modo la obstrucción de la membrana, se pueden eliminar de manera eficaz, lo que da lugar a una notable recuperación de la tasa de filtración de la membrana o membranas de separación. A medida que aumenta la temperatura del agua caliente, el efecto se puede incrementar adicionalmente y el efecto máximo de lavado se puede obtener a una temperatura no inferior a aproximadamente 75°C. Sin embargo, a una temperatura superior a 90°C, la propia membrana de separación resulta dañada debido al calor y, por lo tanto, el rendimiento de la filtración de la membrana puede más bien disminuir. Por consiguiente, el intervalo preferente de temperaturas del agua caliente es de 75 a 90°C. Además, durante la operación de lavado de la membrana, la temperatura del agua caliente se mantiene, preferentemente, dentro de un intervalo deseado de temperaturas mediante un mecanismo de control de la temperatura.
- En la etapa de lavado de la membrana utilizando agua caliente, el efecto de lavado se puede aumentar mediante la inclusión de uno o más compuestos aromáticos de bajo peso molecular seleccionados entre el grupo que comprende HMF, furfural, ácido cumárico, ácido ferúlico, cumaramida, ferulamida y vainillina en el agua caliente. Se cree que esto es debido a la afinidad de los compuestos aromáticos derivados de lignina presentes en los componentes que provocan la obstrucción de la membrana de separación para los compuestos aromáticos de bajo peso molecular. Sin embargo, el mecanismo no está claro. La concentración total de los compuestos aromáticos de bajo peso molecular en el agua caliente está, preferentemente, dentro del intervalo de 50 a 10.000 ppm, más preferentemente, de 5.000 a 10.000 ppm.
- A pesar de que el agua caliente que contiene los compuestos aromáticos de bajo peso molecular también se puede preparar mediante la adición de los compuestos aromáticos de bajo peso molecular al agua caliente, se utiliza, preferentemente, agua caliente que contiene originalmente los compuestos aromáticos de bajo peso molecular. De manera más específica, por ejemplo, se conoce que un filtrado obtenido haciendo pasar un líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una membrana de nanofiltración y/o una membrana de ósmosis inversa (en lo sucesivo denominado filtrado NF o similar) contiene los compuestos aromáticos de bajo peso molecular, de manera que el agua caliente puede ser un filtrado NF o similar que se ha calentado hasta una temperatura no inferior a 50°C. En un procedimiento de producción de un líquido de azúcar derivado de celulosa, el filtrado NF o similar, en general, se desecha como un líquido residual. La reutilización del filtrado NF o similar como un líquido de lavado permite el ahorro de agua y, por lo tanto, es económicamente ventajoso.
- En la utilización prolongada de una membrana de separación, el grado de recuperación de la tasa de filtración puede disminuir de manera gradual en los casos en los que el lavado con agua caliente se lleva a cabo solo. En dichos casos, el efecto del lavado se puede mejorar adicionalmente mediante el ajuste del pH del agua caliente a un pH alcalino no inferior a 9, preferentemente, no inferior a 11, durante el lavado con agua caliente. Esto se supone que es debido a la alta solubilidad de los compuestos aromáticos, tales como ácido p-hidroxibenzoico, ácido ferúlico, ácido cumárico y guayacol; péptidos; proteínas; y similares; al pH descrito anteriormente, pero la razón no está clara. Dicho lavado de la membrana con agua caliente a un pH no inferior a 9 no tiene que ser llevado a cabo de manera periódica y cada vez, y se puede llevar a cabo mediante el establecimiento de condiciones de lavado, tal como 10 veces un lavado con agua caliente normal a una temperatura no inferior a 50°C, seguido de una vez un lavado con agua caliente a un pH no inferior a 9. De este modo, se puede obtener un efecto de lavado elevado, a la vez que se suprime la cantidad de álcali necesario y la cantidad de líquido residual alcalino. Dado que el agua caliente a un pH no inferior a 12 puede dañar la membrana y, por lo tanto, disminuir el rendimiento de filtración de la membrana, el pH del agua caliente está, preferentemente, dentro del intervalo de 11 a 12. Durante el lavado de la membrana, el pH del líquido de lavado se mantiene, preferentemente, dentro de un intervalo deseado mediante un mecanismo de control del pH.
- Entre los ejemplos del procedimiento para el lavado de la membrana de separación con agua caliente se incluyen un procedimiento en el que la membrana de separación se sumerge en agua caliente, un procedimiento en el que el agua caliente se somete a una filtración frontal ("dead-end") y un procedimiento en el que el agua caliente se somete a una filtración tangencial a través de la membrana de separación. Entre éstos, es preferente el procedimiento en el que el agua caliente se somete a una filtración tangencial a través de la membrana de separación, ya que la formación de un flujo paralelo a la superficie de la membrana permite que tenga lugar el procedimiento de lavado a la vez que los componentes que provocan la obstrucción se ven arrastrados después de su eliminación mediante el agua caliente.
- En el lavado de la membrana mediante la filtración tangencial de agua caliente a través de la membrana de separación, la velocidad lineal del líquido de lavado sobre la superficie de la membrana es, preferentemente, de 5 a 50 cm/s, más preferentemente, de 30 a 50 cm/s. Esto es porque, en los casos en los que la velocidad lineal es inferior a 5 cm/s, el efecto del lavado sobre la superficie de la membrana de separación es insuficiente, mientras que en los casos en los que la velocidad lineal es superior a 50 cm/s, el efecto en el lavado apenas cambia incluso si la velocidad lineal sobre la superficie de la membrana se incrementa adicionalmente. La velocidad lineal del líquido de lavado sobre la superficie de la membrana se puede controlar mediante el aumento o la disminución del caudal de una bomba de suministro de líquido de lavado.

En el procedimiento de lavado de la membrana mediante filtración tangencial de agua caliente a través de la membrana de separación, la diferencia de presión transmembranaria no está limitada, pero, para lavar el interior de los poros de la membrana de separación, es preferente llevar a cabo el lavado mientras se aplica una diferencia de presión transmembranaria. La diferencia de presión transmembranaria a aplicar es, preferentemente, de 5 kPa a 2 MPa en los casos de una membrana de ultrafiltración, y de 0,5 a 7 MPa en los casos de una membrana de nanofiltración o de una membrana de ósmosis inversa. La diferencia de presión transmembranaria significa la diferencia de presión provocada entre ambas caras de una membrana durante el tratamiento de membrana, es decir, la presión diferencial entre la cara de la solución sin filtrar (concentrado) y la cara del filtrado. En la presente invención, en los casos en los que la diferencia de presión transmembranaria durante el lavado es inferior al intervalo indicado anteriormente, la cantidad de líquido de lavado que pasa a través de los poros de la membrana es extremadamente pequeña, de manera que el interior de los poros no se puede lavar de manera suficiente, lo cual no es preferente. Por otro lado, en los casos en los que la diferencia de presión transmembranaria durante el lavado es superior al intervalo indicado anteriormente, la cantidad de líquido que pasa a través de los poros de la membrana es demasiado grande y, por lo tanto, se consume una gran cantidad de líquido de lavado, lo cual es económicamente desfavorable. Aunque depende del tipo de membrana, el flujo de filtración del líquido de lavado es habitualmente de aproximadamente 0,05 a 0,5 m/día a una velocidad lineal sobre la superficie de la membrana y a una diferencia de presión transmembranaria dentro de los intervalos indicados anteriormente.

El efecto del lavado de la membrana mediante la etapa de lavado de la membrana se evalúa basándose en el grado de recuperación del flujo de filtración de la membrana mediante el lavado, flujo de filtración de la membrana que ha disminuido debido a la obstrucción con respecto al de una membrana sin utilizar. Es decir, el flujo de filtración de cada una de las membranas obstruidas antes del lavado y la membrana obstruida después del lavado dividido por el flujo de filtración de una membrana sin utilizar se define como el porcentaje de filtración (%), y la diferencia en el porcentaje de filtración causada por el lavado, o el nivel del porcentaje de filtración después del lavado, se utilizaron para la evaluación del efecto del lavado. Cabe indicar que el valor máximo del porcentaje de filtración es teóricamente del 100%. En la presente invención, con respecto al tratamiento de membrana de un líquido de azúcar derivado de celulosa, una membrana cuyo porcentaje de filtración disminuía a menos del 70% se consideró inutilizable, ya que la membrana no es adecuada para la utilización práctica, debido a su velocidad de procesamiento baja, mientras que una membrana cuyo porcentaje de filtración no era inferior al 70% se consideró utilizable para el tratamiento de membrana de un líquido de azúcar, ya que la membrana es suficientemente práctica en vista de la velocidad de procesamiento. Es decir, la etapa de lavado de la membrana, en la presente invención, permite la reutilización de una membrana de separación con un porcentaje de filtración disminuido de menos del 70% para la filtración de un líquido de azúcar derivado de celulosa mediante la recuperación del porcentaje de filtración a no menos del 70%.

A continuación, se describen realizaciones de la presente invención. El aparato para llevar a cabo la presente invención comprende, como mínimo, un depósito de retención del líquido de lavado, que tiene la función de controlar la temperatura del líquido de lavado, y una bomba de suministro de líquido para suministrar el líquido de lavado a la membrana. Además, el aparato comprende, preferentemente, una bomba de circulación y un tubo de circulación para hacer circular el líquido de lavado, una válvula para controlar la presión en el líquido de lavado sobre la superficie de la membrana y un mecanismo de control de la temperatura para controlar la temperatura del líquido de lavado hasta una temperatura deseada. Además, el aparato comprende, preferentemente, un mecanismo de control del pH que controla el pH del líquido de lavado hasta un valor deseado. El aparato para llevar a cabo la presente invención se describe a continuación con referencia a los dibujos. En los dibujos para la presente invención, cada flecha con línea continua indica un flujo de un líquido o sólido y una tubería, y cada flecha con línea discontinua indica un flujo de una señal eléctrica y un cable.

La figura 1 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de la constitución más básica de un aparato para llevar a cabo la presente invención. La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de aplicación proporcionado mediante la inclusión de los requisitos incluidos en la figura 1 y haciendo que el depósito de retención del líquido de lavado también tenga una función como depósito de suministro de líquido de azúcar -14- para su utilización en el tratamiento de membrana del líquido de azúcar. La figura 3 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de aplicación que incluye, además de los requisitos incluidos en la figura 1, un sistema de tratamiento de membrana independiente para el líquido de azúcar, en el que el accionamiento de las válvulas permite la comutación entre la etapa de tratamiento de membrana y la etapa de lavado de la membrana. La figura 4 es una vista esquemática general de un sistema para la producción de un líquido de azúcar derivado de celulosa a partir de un producto tratado previamente de una biomasa que contiene celulosa.

A continuación, se describe en detalle el aparato de la figura 1. Un depósito de retención del líquido de lavado -1-, que retiene un líquido de lavado, comprende una incubadora -2- para incubar el líquido de lavado y un mecanismo de control del pH para controlar el pH del líquido de lavado. El mecanismo de control del pH está compuesto por: un pH-metro -6- que mide el pH del líquido de lavado y emite el valor de pH medido como una señal eléctrica; un controlador -7- que calcula, basándose en la señal del valor de pH de entrada, la diferencia entre un valor de pH preestablecido y el valor de pH actual, y, a continuación, emite el valor calculado como una señal eléctrica para controlar el accionamiento de una bomba de control del pH -9-; una bomba de control del pH -9- que se acciona en respuesta a la señal de entrada; y un depósito de ácido/álcali -8- que retiene un ácido o álcali para controlar el pH. El líquido de lavado retenido en el depósito de retención del líquido de lavado -1- se suministra a un módulo de

membranas de flujo tangencial -4- mediante una bomba de circulación -3- que es capaz de controlar el caudal del líquido. A continuación, el líquido de lavado pasa a través de un tubo de circulación -10- y vuelve de nuevo al depósito de retención del líquido de lavado. La diferencia de presión transmembranaria se puede controlar mediante el grado de apertura/cierre de la válvula -5- y mediante el control del caudal con la bomba de circulación. La diferencia de presión transmembranaria se puede calcular utilizando los manómetros -11- a -13-. Es decir, la diferencia entre el promedio de los valores medidos mediante el manómetro -11- y el manómetro -13- y el valor medido mediante el manómetro -12- se puede considerar como la diferencia de presión transmembranaria.

A continuación, se describe en detalle el aparato de la figura 2. El aparato mostrado en la figura 2 tiene tanto la función de llevar a cabo el tratamiento de membrana del líquido de azúcar como la función de llevar a cabo el lavado de la membrana. Se utiliza también un depósito de suministro de líquido de azúcar -14-, que retiene el líquido de azúcar durante el tratamiento de membrana del líquido de azúcar, como un depósito de retención del líquido de lavado durante el lavado de la membrana, y comprende una incubadora -2- que incuba el líquido de lavado y un mecanismo de control del pH que controla el pH del líquido de lavado. El mecanismo de control del pH está compuesto por: un pH-metro -6- que mide el pH del líquido de lavado y emite el valor de pH medido como una señal eléctrica; un controlador -7- que calcula, basándose en la señal del valor de pH de entrada, la diferencia entre un valor de pH preestablecido y el valor de pH actual, y, a continuación, emite el valor calculado como una señal eléctrica para controlar el accionamiento de una bomba de control del pH -9-; una bomba de control del pH -9-, que se acciona en respuesta a la señal de entrada; y un depósito de ácido/álc当地 -8-, que retiene un ácido o álcali para controlar el pH. Durante el lavado, el líquido de lavado retenido en el depósito de suministro del líquido de azúcar -14- se suministra a un módulo de membranas de flujo tangencial -4- mediante una bomba de circulación -3-, que es capaz de controlar el caudal del líquido. A continuación, el líquido de lavado pasa a través de un tubo de circulación -10- y vuelve de nuevo al depósito de retención del líquido de lavado. La diferencia de presión transmembranaria se puede controlar mediante el grado de apertura/cierre de la válvula -5- y mediante el control del caudal con la bomba de circulación. La diferencia de presión transmembranaria se puede calcular utilizando los manómetros -11- a -13-. Es decir, la diferencia entre el promedio de los valores medidos mediante el manómetro -11- y el manómetro -13- y el valor medido mediante el manómetro -12- se puede considerar como la diferencia de presión transmembranaria.

A continuación, se describe en detalle el aparato de la figura 3. El aparato mostrado en la figura 3 tiene, por separado, la función de llevar a cabo el tratamiento de membrana de sacáridos y la función de llevar a cabo el lavado de la membrana, y el funcionamiento de las válvulas de tres vías -16- y -17- permite la conmutación entre estas funciones. En el tratamiento de membrana del líquido de azúcar, el líquido de azúcar alimentado a un depósito de suministro de líquido de azúcar -14- se suministra a un módulo de membranas de flujo tangencial -4- mediante una bomba de suministro de líquido de azúcar -15-. Con respecto al lavado de la membrana, un depósito de retención del líquido de lavado -1- que retiene el líquido de lavado comprende una incubadora -2- que incuba el líquido de lavado y un mecanismo de control del pH que controla el pH del líquido de lavado. El mecanismo de control del pH está compuesto por: un pH-metro -6- que mide el pH del líquido de lavado y emite el valor de pH medido como una señal eléctrica; un controlador -7- que calcula, basándose en la señal del valor de pH de entrada, la diferencia entre un valor de pH preestablecido y el valor de pH actual, y, a continuación, emite el valor calculado como una señal eléctrica para controlar el accionamiento de una bomba de control del pH -9-; una bomba de control del pH -9- que se acciona en respuesta a la señal de entrada; y un depósito de ácido/álc当地 -8-, que retiene un ácido o álcali para controlar el pH. El líquido de lavado retenido en el depósito de retención del líquido de lavado -1- se suministra a un módulo de membranas de flujo tangencial -4- mediante una bomba de circulación -3- que es capaz de controlar el caudal del líquido. A continuación, el líquido de lavado pasa a través de un tubo de circulación -10- y vuelve de nuevo al depósito de retención del líquido de lavado. La diferencia de presión transmembranaria se puede controlar mediante el grado de apertura/cierre de la válvula -5- y mediante el control del caudal con la bomba de circulación. La diferencia de presión transmembranaria se puede calcular utilizando los manómetros -11- a -13-. Es decir, la diferencia entre el promedio de los valores medidos mediante el manómetro -11- y el manómetro -13- y el valor medido mediante el manómetro -12- se puede considerar como la diferencia de presión transmembranaria.

A continuación, se describe en detalle el aparato de la figura 4. La biomasa que contiene celulosa se mezcla con una enzima sacarificante en un depósito de reacción de sacarificación -21- para llevar a cabo la hidrólisis. La emulsión después de la reacción de sacarificación se transfiere mediante un medio de transferencia de emulsiones -22- a un dispositivo de separación sólido-líquido -24-, y se separa en un residuo sólido -25- y un líquido de azúcar principal. El líquido de azúcar principal se retiene en un depósito de suministro -27- para una membrana de ultrafiltración y, a continuación, se suministra mediante una bomba de suministro -28- para una membrana de ultrafiltración a un módulo de membranas de ultrafiltración -30-, en el que el líquido de azúcar principal se separa en un concentrado de macromoléculas y un líquido de azúcar secundario (filtrado). Para concentrarse aún más, el concentrado de macromoléculas se hace circular por el depósito de suministro -27- para una membrana de ultrafiltración y la bomba de suministro -28- para una membrana de ultrafiltración. El líquido de azúcar secundario se retiene en un depósito de suministro -31- para una membrana de nanofiltración y, a continuación, se suministra mediante una bomba de suministro -32- para una membrana de nanofiltración a un módulo de membranas de nanofiltración -34-, en el que el líquido de azúcar secundario se separa en un líquido de azúcar concentrado y un filtrado NF. Para concentrarse aún más, el líquido de azúcar concentrado se hace circular por el depósito de suministro -31- para una membrana de nanofiltración y la bomba de suministro -32- para una membrana de nanofiltración. El filtrado NF se retiene en un depósito de suministro -35- para una membrana de ósmosis inversa y,

a continuación, se suministra mediante una bomba de suministro -36- para una membrana de ósmosis inversa a un módulo de membranas de ósmosis inversa -39-, en el que el filtrado NF se separa en un concentrado RO (ósmosis inversa) y un filtrado RO. Para concentrarse aún más, el concentrado RO se hace circular por el depósito de suministro -35- para una membrana de ósmosis inversa y la bomba de suministro -36- para una membrana de ósmosis inversa. El concentrado RO se devuelve desde el depósito de suministro -35- para una membrana de ósmosis inversa mediante una bomba de lavado de la membrana -40- al módulo de membranas de ultrafiltración -30- y al módulo de membranas de nanofiltración -34-, y se vuelve a utilizar para el lavado de los módulos de membranas. El depósito de suministro -35- para una membrana de ósmosis inversa comprende una incubadora -37-, que incuba el líquido del depósito, y un mecanismo de control del pH -38-, que controla el pH del líquido en el depósito. El filtrado RO se retiene en un depósito de filtrado -41- para una membrana de ósmosis inversa, y, según sea necesario, se devuelve mediante una bomba del depósito de filtrado de la membrana de ósmosis inversa -42- al depósito de reacción de sacarificación -21-, el módulo de membranas de ultrafiltración -30- y el módulo de membranas de nanofiltración -34-, para volverse a utilizar para controlar la concentración de sólidos en la reacción de sacarificación y lavar los módulos de membranas. El depósito de filtrado -41- para una membrana de ósmosis inversa comprende una incubadora -43-, que incuba el líquido en el depósito, y un mecanismo de control del pH -44-, que controla el pH del líquido en el depósito. El depósito de reacción de sacarificación -21-, el dispositivo de separación sólido-líquido -24-, el depósito de suministro -27- para una membrana de ultrafiltración y el depósito de suministro -31- para una membrana de nanofiltración comprenden una incubadora (-23-, -26-, -29- o -33-, respectivamente), y, por lo tanto, cada etapa se puede llevar a cabo mientras se mantiene la temperatura del líquido de azúcar.

20 EJEMPLOS

A continuación, se describen ejemplos de la presente invención.

25 (Ejemplo de referencia 1)

Procedimiento para la preparación de una membrana obstruida

A efectos de evaluar con precisión el efecto del lavado de la membrana por la presente invención, deben prepararse muchas membranas con las mismas condiciones de contaminación. A continuación, se describe un procedimiento para la preparación de dichas membranas.

Como biomasa que contiene celulosa, se utilizó paja de arroz, que se pulverizó hasta 2 mm. La biomasa que contenía celulosa se sumergió en agua y se procesó utilizando un autoclave (fabricado por Nitto Koatsu Co., Ltd.) a 180°C durante 5 minutos con agitación. La presión en ese momento fue de 10 MPa. A continuación, el componente de biomasa procesado se sometió a una separación sólido-líquido mediante centrifugación (3.000 G). Al componente de la solución, se añadió "Accellerase DUET" (fabricado por Genencor Kyowa Co. Ltd.) y la reacción se dejó transcurrir a 50°C durante 24 horas para obtener un líquido de azúcar derivado del componente de la solución. A continuación, se llevó a cabo un tratamiento con un filtro prensa (fabricado por Yabuta Industries Co., Ltd., MO-4) para eliminar la celulosa no degradada y la lignina, para obtener un líquido de azúcar derivado de biomasa. Además, sometiendo el líquido de azúcar a filtración a través de una membrana de microfiltración con un tamaño de poro de 0,22 µm, se eliminaron los componentes insolubles en agua de tamaño micrométrico. El líquido de azúcar obtenido de este modo en una cantidad de aproximadamente 40 l se sometió a filtración a través de un módulo de membranas en espiral compuesto por una membrana de ultrafiltración, una membrana de nanofiltración o una membrana de ósmosis inversa. Independientemente del tipo de membrana, la temperatura de funcionamiento se estableció en 50°C y la velocidad lineal sobre la superficie de la membrana se estableció en 20 cm/s. La presión de funcionamiento a la que se llevó a cabo la filtración fue de 0,1 MPa en el caso de una membrana de ultrafiltración, 2 MPa en el caso de una membrana de nanofiltración y 4 MPa en el caso de una membrana de ósmosis inversa. La operación se detuvo cuando el flujo de filtración disminuyó a no más de 0,05 m/día. Cada módulo de membranas en espiral, cuyo flujo de filtración se redujo mediante dicha operación, se desmontó y la parte de las membranas se cortó en forma de una lámina con un tamaño de 190 mm X 140 mm.

En los siguientes ejemplos, las membranas en forma de lámina obtenidas de este modo se sometieron a pruebas de lavado y pruebas de permeación utilizando una unidad de membrana plana compacta "SEPA CF-II" (fabricada por GE Osmonics; área efectiva de la membrana, 140 cm²) que se puede utilizar como un probador de filtración compacta para un módulo de membranas en espiral.

(Ejemplo de referencia 2)

60 Procedimiento para la medición del flujo de filtración y procedimiento para la evaluación del efecto de lavado de la membrana

La medición del flujo de filtración se llevó a cabo a una temperatura de 25°C y una velocidad lineal sobre la superficie de la membrana de 20 cm/s tanto para la membrana de ultrafiltración como para la membrana de ósmosis inversa. La presión de funcionamiento se estableció en 0,1 MPa en el caso de una membrana de ultrafiltración, 2 MPa en el caso de una membrana de nanofiltración y 4 MPa en el caso de una membrana de ósmosis inversa. En estas condiciones, el agua pura se filtró durante 1 minuto y se midió el flujo de filtración promedio (m/día) durante

este proceso. En este momento, no se llevó a cabo la circulación del flujo tangencial y el flujo tangencial se descargó directamente. Como dispositivo de separación de membrana, se utilizó una unidad de membrana plana compacta correspondiente al módulo en espiral descrito en el ejemplo de referencia 1.

- 5 En los siguientes ejemplos, se midió el flujo de filtración mediante la operación descrita anteriormente para una membrana sin utilizar, una membrana obstruida antes del lavado y la membrana obstruida después del lavado. El valor medido del flujo de filtración para la membrana obstruida antes del lavado y la membrana obstruida después del lavado, dividido por el valor medido del flujo de filtración para la membrana sin utilizar, se definió como el porcentaje de filtración (%) y se utilizó la recuperación del porcentaje de filtración mediante el lavado, o el nivel del porcentaje de filtración después del lavado, para la evaluación del efecto del lavado de la membrana. Cabe indicar que el valor máximo del porcentaje de filtración es teóricamente del 100%.
- 10

(Ejemplo de referencia 3)

15 Análisis de compuestos aromáticos de bajo peso molecular mediante HPLC

Se cuantificaron las concentraciones de HMF, furfural, ácido cumárico, ácido ferúlico, cumaramida, ferulamida y vainillina en la solución acuosa en las siguientes condiciones de HPLC basándose en la comparación con muestras patrón. Dado que para la cumaramida y la ferulamida no estaban disponibles comercialmente muestras patrón, se obtuvieron mediante una síntesis a medida (fabricante: VSN).

20 Aparato: cromatógrafo líquido de alto rendimiento "Lachrom elite" (fabricado por Hitachi, Ltd.)

Columna: "Synergi 2,5 μ m Hydro-RP 100A" (fabricado por Phenomenex)

Procedimiento de detección: detector de diodos en serie

25 Caudal: 0,6 ml/min.

Temperatura: 40°C

(Ejemplo de referencia 4)

30 Lavado de una membrana de ultrafiltración con agua caliente

35 Se sometió una membrana de ultrafiltración resistente al calor (fabricada por DESAL; serie "HWS UF"), que tenía un flujo de filtración disminuido, obtenida mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1, a un lavado de membrana a 8 tipos de temperatura de agua caliente de 25°C, 30°C, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C y 90°C, a 4 tipos de pH de 5, 7, 9 y 11 para cada una de las temperaturas. Es decir, el lavado de la membrana se llevó a cabo en un total de 32 tipos de condiciones. Utilizando 2 l de agua pura como agua caliente, se llevó a cabo un lavado de la membrana durante 20 minutos a una presión de funcionamiento de 0,1 MPa a una velocidad lineal sobre la superficie de la membrana de 30 cm/s, con circulación del flujo tangencial. Como dispositivo de separación de membrana, se utilizó una unidad de membrana plana compacta correspondiente al módulo espiral descrito en el ejemplo de referencia 1. El flujo de filtración se midió mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 2 antes y después del lavado de la membrana. El caudal de filtración antes de lavar la membrana se consideró el mismo en todas las condiciones y el valor medido para una de las condiciones se consideró como el flujo de filtración antes de lavar la membrana común para todas las condiciones. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 1. El valor medido del flujo de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,258 m/día. Tal como es evidente a partir de la tabla 1, el rendimiento de filtración de la membrana se recuperó de manera significativa en los casos en los que el lavado de la membrana se llevó a cabo con agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C. Además, a temperaturas no inferiores a 50°C, el rendimiento de la filtración de membrana se recuperó adicionalmente en condiciones alcalinas a pH no inferiores a 9.

40

45

[Tabla 1]

Temperatura de lavado (°C)	Porcentaje de filtración después del lavado (%)			
	pH 5	pH 7	pH 9	pH 11
25	51	53	57	58
30	51	52	56	59
40	52	55	58	65
50	71	72	79	89
60	82	85	93	96
70	94	96	98	97
80	95	96	99	97
90	94	96	98	97
	Porcentaje de filtración antes del lavado (%)			27

(Ejemplo de referencia 5)

Lavado de una membrana de nanofiltración con agua caliente

- 5 Se sometió una membrana de nanofiltración resistente al calor (fabricada por DESAL; serie "HWS NF"), que tenía un flujo de filtración disminuido, obtenida mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1, a un lavado de membrana en las mismas condiciones que en el ejemplo de referencia 4, a excepción de que la presión de funcionamiento fue de 2 MPa. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 2. El valor medido del flujo de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,246 m/día. Como resultado, tal como es evidente a partir de la tabla 2, el rendimiento de filtración de la membrana se recuperó de manera significativa en los casos en los que el lavado de la membrana se llevó a cabo con agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C. Además, a temperaturas no inferiores a 50°C, el rendimiento de la filtración de membrana se recuperó adicionalmente en condiciones alcalinas a pH no inferiores a 9.
- 10
- 15 [Tabla 2]

Temperatura de lavado (°C)	Porcentaje de filtración después del lavado (%)			
	pH 5	pH 7	pH 9	pH 11
25	50	50	54	57
30	51	51	54	57
40	52	52	55	62
50	71	71	77	86
60	85	86	94	96
70	95	96	99	99
80	98	98	99	99
90	98	98	99	99
Porcentaje de filtración antes del lavado (%)				30

(Ejemplo de referencia 6)

- 20 Lavado de una membrana de ósmosis inversa con agua caliente

25 Se sometió una membrana de ósmosis inversa resistente al calor (fabricada por DESAL; serie "HWS RO"), que tenía un flujo de filtración disminuido, obtenida mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1, a un lavado de membrana en las mismas condiciones que en el ejemplo de referencia 4, a excepción de que la presión de funcionamiento fue de 4 MPa. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 3. El valor medido del flujo de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,245 m/día. Como resultado, tal como es evidente a partir de la tabla 3, el rendimiento de filtración de la membrana se recuperó de manera significativa en los casos en los que el lavado de la membrana se llevó a cabo con agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C. Además, a temperaturas no inferiores a 50°C, el rendimiento de la filtración de membrana se recuperó adicionalmente en condiciones alcalinas a pH no inferiores a 9.

30

[Tabla 3]

Temperatura de lavado (°C)	Porcentaje de filtración después del lavado (%)			
	pH5	pH7	pH9	pH11
25	50	51	55	57
30	50	51	56	58
40	51	53	56	64
50	68	71	79	89
60	85	87	95	97
70	95	97	99	99
80	97	98	100	100
90	97	98	99	99
Porcentaje de filtración antes del lavado (%)				28

(Ejemplo de referencia 7)

Influencia de la velocidad lineal sobre la superficie de la membrana en el efecto del lavado de la membrana

- 5 Se sometió una membrana de nanofiltración resistente al calor (fabricada por DESAL; serie "HWS NF"), que tenía un flujo de filtración disminuido, obtenida mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1, a un lavado de membrana en las mismas condiciones que en el ejemplo de referencia 5, a excepción de que se utilizaron un total de 6 tipos de velocidades lineales sobre la superficie de la membrana, 5 cm/s, 10 cm/s, 30 cm/s, 50 cm/s, 70 cm/s y 90 cm/s. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 4. El valor medido del flujo de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,246 m/día. Como resultado, tal como es evidente a partir de la tabla 4, el rendimiento de filtración de la membrana se recuperó de manera significativa a velocidades lineales sobre la superficie de la membrana no inferiores a 30 cm/s y alcanzó el límite superior a 50 cm/s. Por otra parte, también a la velocidad lineal sobre la superficie de la membrana de 5 cm/s, la recuperación del rendimiento de filtración de la membrana fue excelente y se obtuvo un porcentaje de filtración del 88%, pero, dado que el valor era muy diferente de los valores observados a no menos de 10 cm/s, se asumió que el rendimiento de filtración de la membrana podía ser significativamente bajo a una velocidad lineal sobre la superficie de la membrana de menos de 5 cm/s.

[Tabla 4]

Velocidad lineal sobre la superficie de la membrana (cm/s)	Porcentaje de filtración después del lavado (%)
5	88
10	93
30	97
50	98
70	98
90	98
Porcentaje de filtración antes del lavado (%)	30

- 20 (Ejemplo 1)
- Lavado de la membrana con agua caliente que contiene compuestos aromáticos de bajo peso molecular
- 25 Se sometió una membrana de nanofiltración resistente al calor (fabricada por DESAL; serie "HWS NF"), que tenía un flujo de filtración disminuido, obtenida mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1, a un lavado de membrana a 50°C a pH 7 (ajustado mediante la utilización de hidróxido de sodio) en 6 tipos de condiciones, en las que se utilizó una solución acuosa que contenía uno cualquiera de los compuestos aromáticos de bajo peso molecular seleccionados entre el grupo que comprende HMF, furfural, ácido cumárico, ácido ferúlico, cumaramida, ferulamida y vainillina, en agua pura a una concentración de 0,5 g/l, como líquido de lavado y en una condición en la que se utilizó agua pura sin la adición de un compuesto aromático de bajo peso molecular como líquido de lavado. Es decir, el lavado de la membrana se llevó a cabo en un total de 7 tipos de condiciones. Utilizando 2 l de cada uno de los líquidos de lavado, se llevó a cabo un lavado de la membrana durante 20 minutos a una presión de funcionamiento de 0,1 MPa a una velocidad lineal sobre la superficie de la membrana de 30 cm/s, con circulación del flujo tangencial. Como dispositivo de separación de membrana, se utilizó una unidad de membrana plana compacta correspondiente al módulo espiral descrito en el ejemplo de referencia 1. El flujo de filtración se midió, según el procedimiento del ejemplo de referencia 2, antes y después del lavado de la membrana. El caudal de filtración antes de lavar la membrana se consideró el mismo en todas las condiciones y el valor medido para una de las condiciones se consideró como el flujo de filtración antes de lavar la membrana común para todas las condiciones. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 5. El valor medido del flujo de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,246 m/día. Tal como es evidente a partir de la tabla 5, se observó una mejor recuperación del rendimiento de filtración de la membrana en los casos en los que se utilizó agua caliente a 50°C que contenía un compuesto aromático de bajo peso molecular que en los casos en los que se utilizó agua pura a 50°C.

(Ejemplo comparativo 1)

Lavado de la membrana con agua a temperatura normal que contiene compuestos aromáticos de bajo peso molecular

5 Se llevó a cabo el lavado de la membrana en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, a excepción de que la temperatura del líquido de lavado fue de 25°C. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 5. El valor medido del caudal de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,246 m/día. Tal como es evidente a partir de la tabla 5, no se encontró ninguna diferencia entre el caso en el que se utilizó agua pura a 25°C y los casos en los que se utilizó la solución acuosa a 25°C que contenía un compuesto aromático de bajo peso molecular. A partir de estos resultados y los resultados del ejemplo 1, se demostró que la mejora en el efecto de lavado de la membrana por un compuesto aromático de bajo peso molecular se puede conseguir sólo en los casos en los que la temperatura del líquido de lavado es no inferior a 50°C.

10

15

[Tabla 5]

Temperatura de lavado (°C)	Sin adición	Comuesto añadido (500 ppm)				
		HMF	Furfural	Ácido cumárico	Ácido ferúlico	Cumaramida
50	72	75	75	75	76	75
25	50	51	52	50	51	50

(Ejemplo 2)

Influencia de la concentración del compuesto aromático de bajo peso molecular en el efecto del lavado

- 5 Se llevó a cabo un lavado de membrana de la misma manera que en el ejemplo 1, a excepción de que se estudiaron 6 tipos de concentraciones, 0,5 g/l, 1 g/l, 3 g/l, 5 g/l, 7 g/l y 10 g/l, para cada uno de los 7 tipos de compuestos en el líquido de lavado (sin embargo, no se estudiaron el ácido cumárico y el ácido ferúlico para las concentraciones de 7 g/l y 10 g/l, ya que estos compuestos eran insolubles a concentraciones superiores a 5 g/l). Se utilizaron los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del caudal de filtración, según el ejemplo de referencia 2, para preparar el gráfico mostrado en la figura 5. El valor medido del caudal de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,246 m/día. Tal como es evidente a partir de la tabla 5, en cualquiera de los compuestos, el efecto del lavado de la membrana aumentó a medida que aumentaba la concentración del compuesto y se obtuvo el máximo efecto del lavado de la membrana a concentraciones no inferiores a 5 g/l.
- 10

15 (Ejemplo 3)

Lavado de membrana con filtrado obtenido haciendo pasar el líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una membrana de nanofiltración

- 20 Se hizo pasar el líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una membrana de nanofiltración, según el procedimiento del ejemplo de referencia 1, para obtener un filtrado NF. Una parte del filtrado NF se sometió adicionalmente a una filtración utilizando una membrana de ósmosis inversa ("UTC-80", fabricada por Toray Industries, Inc.) a temperatura normal a una presión de funcionamiento de 6 MPa, para preparar un concentrado RO que contenía cada componente a una concentración de 6 veces, 10 veces o 20 veces (en lo sucesivo denominado filtrado NF 6 veces, filtrado NF 10 veces y filtrado NF 20 veces, respectivamente). Las concentraciones del compuesto aromático de bajo peso molecular en cada líquido se analizaron mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 3. Los resultados se muestran en la tabla 6.
- 25

[Tabla 6]

Líquido de lavado	HMF (ppm)	Furfural (ppm)	Ácido cumárico (ppm)	Ácido ferúlico (ppm)	Cumaramida (ppm)	Ferulamida (ppm)	Vainillina (ppm)	Total (ppm)
Filtrado NF	47	175	188	149	1	3	7	570
Filtrado NF 6 veces	277	1070	1074	864	6	15	44	334
Filtrado NF 10 veces	461	1788	1828	1474	9	25	72	5658
Filtrado NF 20 veces	926	3577	3769	2889	19	51	143	11373

5 Se llevó a cabo un lavado de membrana en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 utilizando el filtrado NF descrito anteriormente, el filtrado NF 6 veces, el filtrado NF 10 veces o el filtrado NF 20 veces, como el líquido de lavado, o el agua pura del ejemplo 1 como el líquido de lavado. Los valores del porcentaje de filtración convertidos a partir del flujo de filtración, según el ejemplo de referencia 2, se muestran en la tabla 7. El valor medido del flujo de filtración de la membrana sin utilizar fue de 0,246 m/día. Tal como es evidente a partir de las tablas 7 y 8, el efecto del lavado de la membrana aumentó a medida que aumentaba la concentración de compuestos aromáticos de bajo peso molecular.

[Tabla 7]

Líquido de lavado	Porcentaje de filtración después del lavado (%)
Agua pura (control)	72
Filtrado NF	76
Filtrado NF 6 veces	79
Filtrado NF 10 veces	81
Filtrado NF 20 veces	82

10 APPLICABILIDAD INDUSTRIAL

15 La presente invención se puede utilizar como un procedimiento para lavar una membrana o membranas de separación en un procedimiento para producir un líquido de azúcar, comprendiendo el procedimiento la etapa de filtrar un líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una o más membranas de separación seleccionadas entre el grupo que comprende membranas de ultrafiltración, membranas de nanofiltración y membranas de ósmosis inversa.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir un líquido de azúcar, comprendiendo dicho procedimiento la etapa de filtrar un líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una o más membranas de separación seleccionadas entre el grupo que comprende membranas de ultrafiltración, membranas de nanofiltración y membranas de ósmosis inversa, caracterizado por el hecho de que el procedimiento comprende la etapa de lavar la membrana o membranas de separación después de la filtración con agua caliente a una temperatura no inferior a 50°C y dicha agua caliente comprende uno o más compuestos aromáticos de bajo peso molecular seleccionados entre el grupo que comprende HMF, furfural, ácido cumárico, ácido ferúlico, cumaramida, ferulamida y vainillina, a una concentración total dentro del intervalo de 50 a 10.000 ppm.
- 10 2. Procedimiento para producir un líquido de azúcar, según la reivindicación 1, en el que dicha agua caliente es un filtrado obtenido al hacer pasar un líquido de azúcar derivado de celulosa a través de una membrana o membranas de nanofiltración y/o una membrana o membranas de ósmosis inversa.
- 15 3. Procedimiento para producir un líquido de azúcar, según la reivindicación 1 ó 2, en el que la temperatura de dicha agua caliente está dentro del intervalo de 75 a 90°C.
- 20 4. Procedimiento para producir un líquido de azúcar, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicho líquido de azúcar derivado de celulosa es un líquido de azúcar derivado de celulosa filtrado a través de una membrana o membranas de microfiltración.
- 25 5. Procedimiento para producir un líquido de azúcar, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el pH de dicha agua caliente está dentro del intervalo de 9 a 12.
6. Procedimiento para producir un líquido azúcar, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicha membrana o membranas de separación se lavan mediante filtración tangencial de dicha agua caliente a través de la membrana o membranas de separación.
- 30 7. Procedimiento para producir un líquido de azúcar, según la reivindicación 6, en el que la velocidad lineal de dicha agua caliente sobre la superficie de la membrana es de 5 a 50 cm/s.

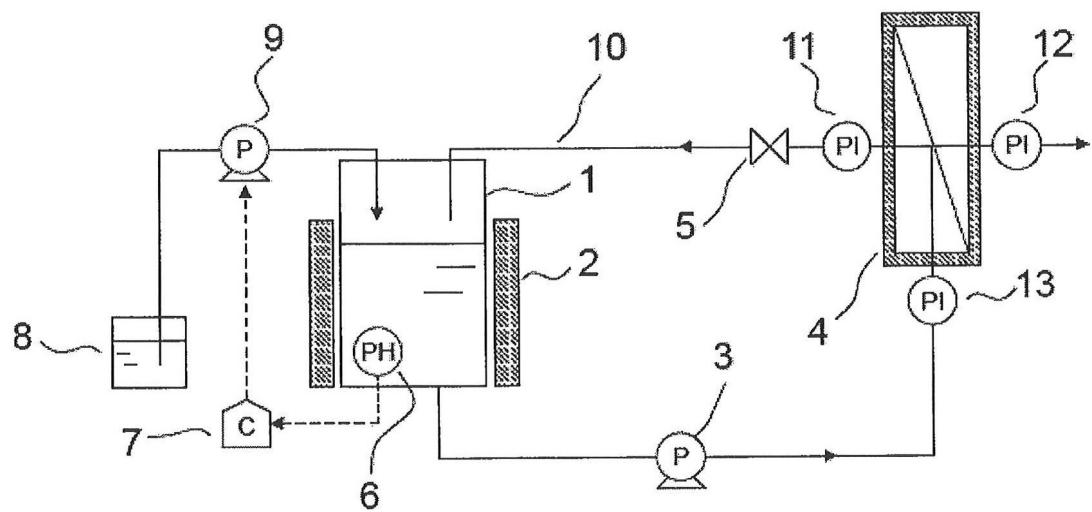


Fig.1

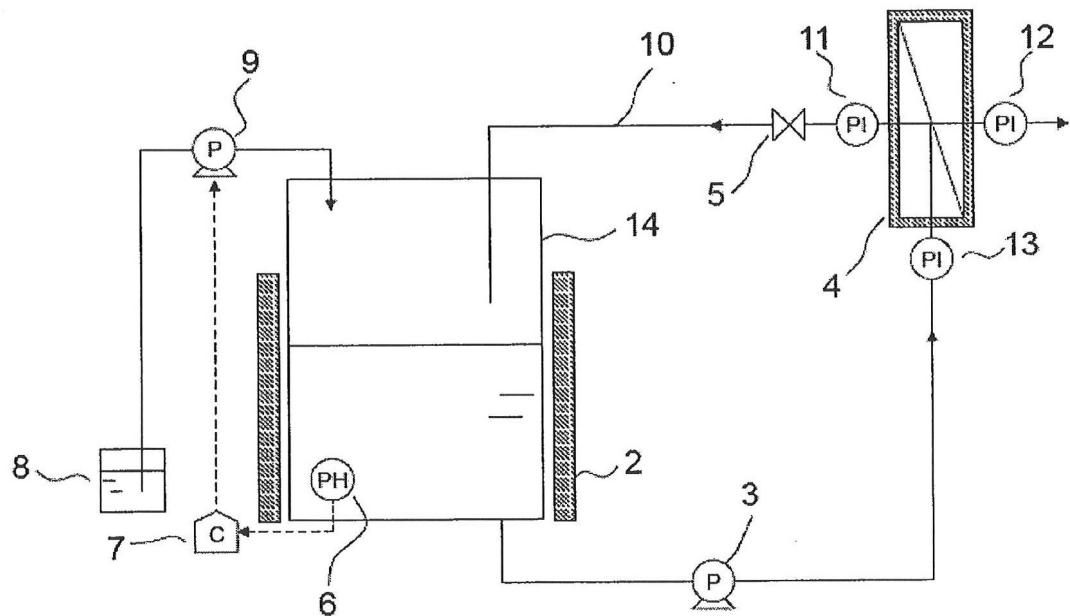


Fig.2

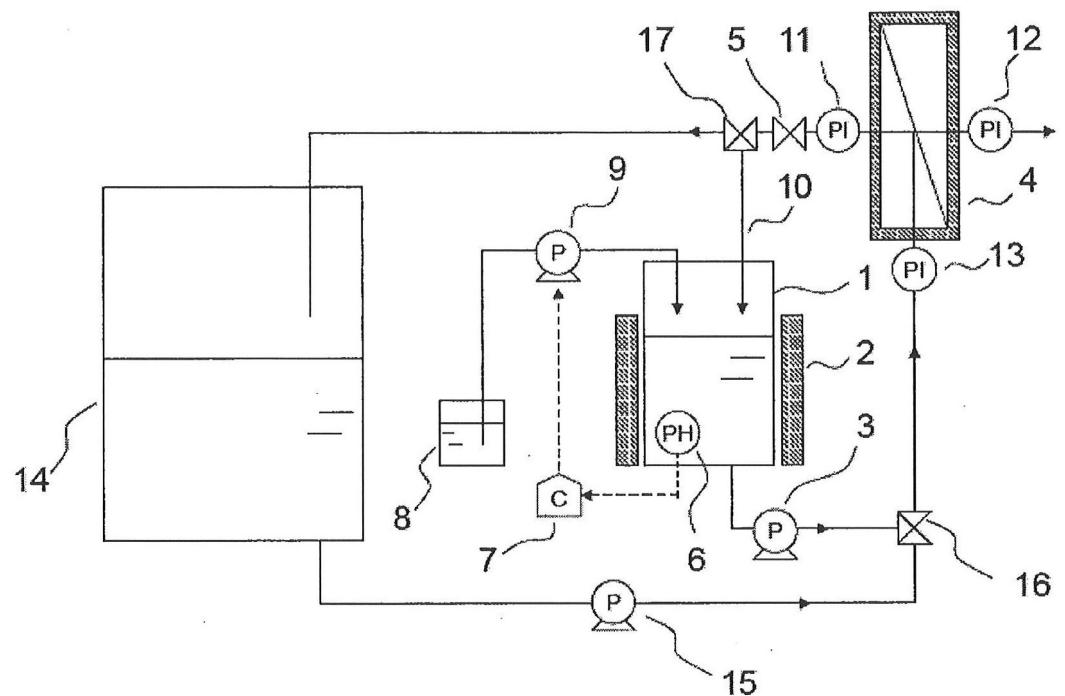


Fig.3

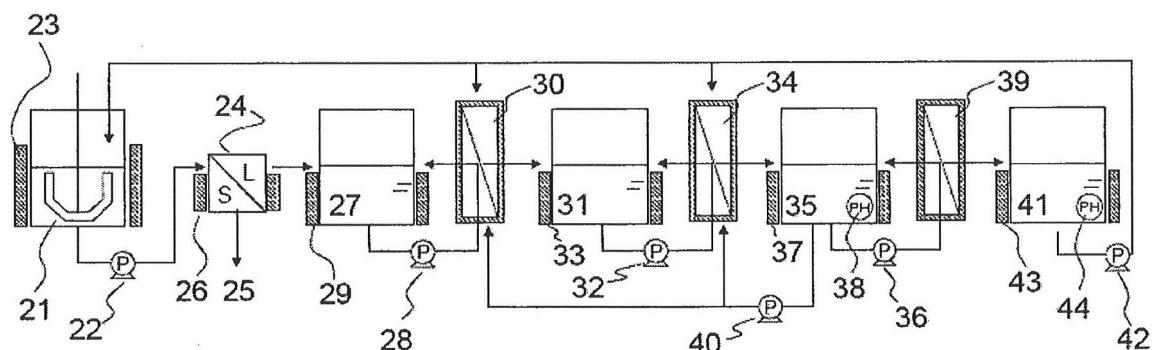


Fig.4

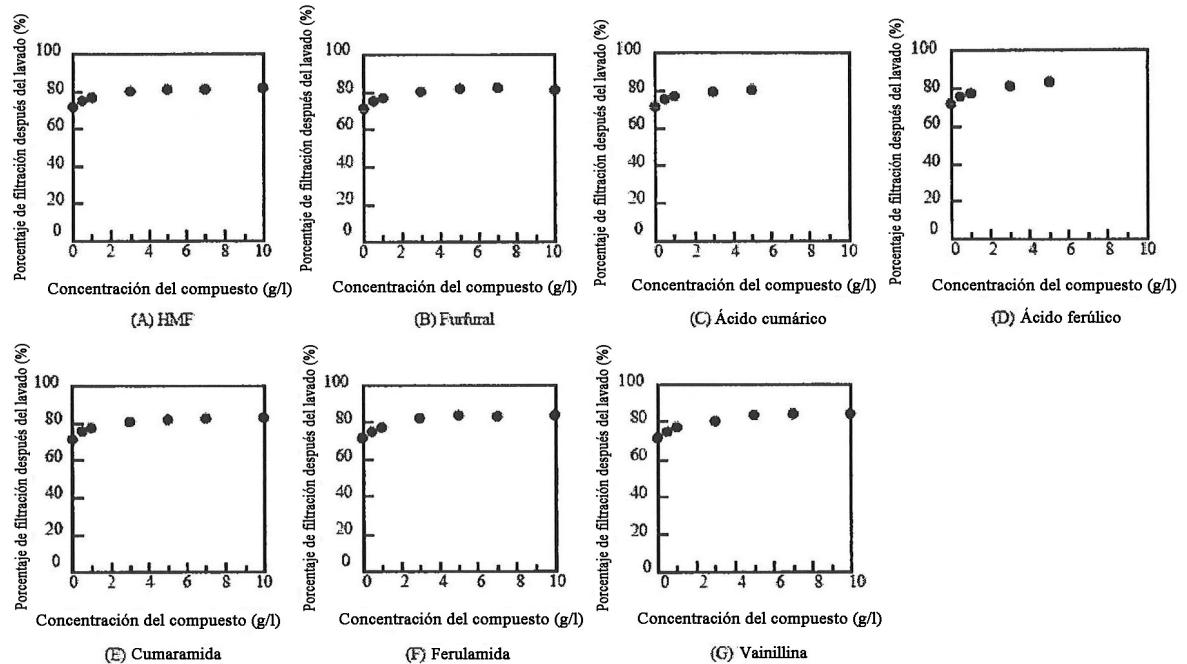


Fig.5