



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

(11) BR 112012014740-4 A8



(22) Data do Depósito: 13/12/2010

(45) Data de Concessão: 27/10/2020

(54) Título: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE SOLUÇÕES AQUOSAS DE GLUCANOS

(51) Int.Cl.: C12P 19/04; C08B 37/00; B01D 61/14.

(30) Prioridade Unionista: 17/12/2009 EP 09179716.7; 17/12/2009 US 61/287,224.

(73) Titular(es): BASF SE.

(72) Inventor(es): JÖRG THERRE; HARTWIG VOSS; JULIA KRISTIANE SCHMIDT; TILLMANN FAUST; RAJAN HOLLMANN.

(86) Pedido PCT: PCT EP2010069518 de 13/12/2010

(87) Publicação PCT: WO 2011/082973 de 14/07/2011

(85) Data do Início da Fase Nacional: 15/06/2012

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE SOLUÇÕES AQUOSAS DE GLUCANOS. A invenção diz respeito a um processo para produzir soluções aquosas de glucanos com uma cadeia principal com ligações B-1,3- glicosídicas e grupos laterais ligados nela por ligações B-1,6-glicosídicas, fermentando cepas de fungo que secretam os ditos glucanos no caldo de fermentação em um meio de cultura aquoso, em que a separação dos glucanos do caldo de fermentação ocorre por meio de membranas de filtro assimétricas.

“PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE SOLUÇÕES AQUOSAS DE GLUCANOS”

5 A presente invenção diz respeito a um processo para a preparação de soluções aquosas de glucanos com uma cadeia principal β -1,3-glicosidicamente ligada e grupos laterais com uma ligação β -1,6-glicosídica neles por fermentação de cepas fúngicas, que secretam os ditos glucanos no caldo de fermentação, em um meio de cultura aquoso, a separação dos glucanos do caldo de fermentação sendo realizada com o uso de membranas de filtro assimétricas.

10 Em depósitos de óleo mineral natural, óleo mineral está presente nas cavidades de rochas de reservatório poroso que são isoladas da superfície da terra por camadas de cobertura impermeável. As cavidades podem ser cavidades muito finas, capilares, poros ou similares. Gargalos de poro fino podem ter, por exemplo, um diâmetro de somente cerca de 1 μ m.

15 Além do óleo mineral, incluindo frações de gás natural, os depósitos compreendem água com um maior ou menor teor de sal.

Em produção de óleo mineral, uma distinção é feita entre produção primária, secundária e terciária.

20 Em produção primária, depois do afundamento do poço no depósito, o óleo mineral escoar por si através do poço para a superfície devido à pressão autógena do depósito. Entretanto, no geral, somente cerca de 5 a 10 % da quantidade de óleo mineral presente no depósito, dependendo do tipo de depósito, podem ser extraídos por meio de produção primária, depois do que a pressão autógena não é mais suficiente para extração.

25 Produção secundária é, portanto, usada depois da produção primária. Na produção secundária, poços adicionais são perfurados na formação que carrega óleo mineral, além dos poços que serve para produção do óleo mineral, os assim chamados poços de produção. Água e/ou vapor é forçado no depósito através desses assim chamados poços de injeção a fim de

manter ou aumentar novamente a pressão. Forçando na água, o óleo mineral é forçado lentamente através das cavidades na formação, iniciando do poço de injeção, na direção do poço de produção. Entretanto, isto funciona somente desde que as cavidades sejam completamente cheias com óleo e a água empurre o óleo mais viscoso na frente dela. Assim que a água de baixa viscosidade penetra através das cavidades, ela escoar a partir deste momento ao longo do caminho de menor resistência, isto é, através do canal resultante entre os poços de injeção e os poços de produção, e não mais empurre o óleo na frente dela. Por via de regra, somente de cerca de 30 a 35 % da quantidade de óleo mineral presente no depósito podem ser extraídos por meio de produção primária e secundária.

É conhecido que o rendimento de óleo mineral pode ser adicionalmente aumentado por medidas de produção terciária de óleo. Produção terciária de óleo mineral inclui processos nos quais substâncias químicas adequadas são usadas como auxiliares para produção de óleo. Essas incluem a assim chamada “inundação de polímero”. Em inundação de polímero, uma solução aquosa de um polímero com um efeito de espessamento é forçada, em vez de água, através dos poços de injeção no depósito de óleo mineral. Forçando a solução do polímero, o óleo mineral é forçado através das ditas cavidades na formação, a começar pelo poço de injeção, na direção do poço de produção, e o óleo mineral é finalmente extraído por meio do poço de produção. Devido a alta viscosidade da solução do polímero, que é adaptada à viscosidade do óleo mineral, a solução do polímero não pode mais, ou pelo menos assim tão facilmente, romper as cavidades como é o caso com água pura.

Uma multiplicidade de diferentes polímeros solúveis em água tem sido proposta para inundação de polímero, isto é, ambos polímeros sintéticos, tais como, por exemplo, poliacrilamidas ou copolímeros compreendendo acrilamida e outros monômeros e também polímeros solúveis

em água de origem natural.

Polímeros espessantes adequados para produção terciária de óleo mineral devem satisfazer inúmeras exigências específicas. Além de viscosidade suficiente, os polímeros devem também ser termicamente muito estáveis e reter seu efeito de espessamento mesmo a altas concentrações de sal.

Uma classe importante de polímeros de origem natural para inundação de polímero compreende homopolissacarídeos ramificados obtidos de glicose. Polissacarídeos compreendendo unidades de glicose são também referidos como glucanos. Os ditos homopolissacarídeos ramificados têm uma cadeia principal de unidades de glicose β -1,3 ligada, da qual em termos estatísticos cerca de cada terceira unidade tem uma ligação β -1,6-glicosídica com uma unidade de glicose adicional. Soluções aquosas de tais homopolissacarídeos ramificados têm propriedades físicoquímicas vantajosas, de forma que elas são particularmente adequadas para inundação de polímero.

Homopolissacarídeos da dita estrutura são secretados por várias cepas fúngicas, por exemplo, pelo *Basidiomycetes Schizophyllum commune*, que exhibe crescimento filamentoso e, durante o crescimento, secretam homopolissacarídeo da dita estrutura com um peso molecular típico M_w de cerca de 5 a cerca de $25 \cdot 10^6$ g/mol (nome comum esquizofilano). Homopolissacarídeos da dita estrutura que são secretados por *Sclerotium rolfsii* podem além disso ser mencionados (nome comum: escleroglucanos).

É importante para inundação de polímero que a solução aquosa do polímero usado para este propósito não compreenda absolutamente nenhuma partícula de gel ou outras partículas pequenas. Mesmo um pequeno número de partículas em dimensões na faixa micrométrica pode bloquear os poros finos na formação de óleo mineral e assim pelo menos complica ou mesmo interrompe a produção de óleo mineral. Polímeros para produção terciária de óleo mineral devem, portanto, ter uma proporção tão pequena

quanto possível de partículas de gel ou outras pequenas partículas.

Para uso para inundação de polímero, é, portanto, importante que soluções dos ditos homopolissacarídeos sejam substancialmente livres de células e fragmentos de célula, uma vez que de outra forma bloqueiam a formação de óleo mineral, que complica a extração do óleo mineral ou mesmo torna isto impossível. O assim chamado Millipore Filtration Ratio (valor MPFR) pode ser usado como uma característica para uma boa qualidade de uma solução do polímero. A maneira na qual a resistência do filtro muda durante o decorrer da filtração de uma solução é determinada aqui.

Processos para a preparação de homopolissacarídeos ramificados compreendendo unidades de glicose ligadas a β -1,3 são conhecidos.

EP 271 907 A2, EP 504 673 A1 e DE 40 12 238 A1 revelam processos para a preparação, isto é, a preparação é realizada por fermentação em lotes do fungo *Schizophyllum commune* com agitação e aeração. O meio de cultura compreende substancialmente glicose, extrato de levedura, diidrogeno fosfato de potássio, sulfato de magnésio e água. EP 271 907 A2 descreve um processo para isolar o polissacarídeo, no qual a suspensão da cultura é primeiramente centrifugada e o polissacarídeo é precipitado do sobrenadante com isopropanol. Um segundo processo compreende uma filtração de pressão seguida por uma ultrafiltração da solução obtida, sem detalhes do processo tendo sido revelados.

“Udo Rau, “*Biosynthese, Produktion und Eigenschaften von extrazellulären Pilz-Glucanon*”, *Habilitationsschrift, Technical University of Brunswick*, 1997, páginas 70 a 95”, descreve a preparação de esquizofilano por fermentação contínua ou em lotes. O esquizofilano pode ser separado por meio de filtração de fluxo cruzado (loc. cit., página 75). Para separar a massa celular, várias membranas de aço inoxidável com diâmetros de poro de 0,5 μ m, 2 μ m, 10 μ m e 20 μ m foram testadas. Com membranas de 2 μ m,

entretanto, somente pequenas taxas de permeação foram obtidas com uma solução que compreendeu 0,5 g/L de glucano e 0,5 g/L de biomassa seca. Além disso, fragmentos de hifa em uma concentração de cerca de 0,1 g/mL permaneceram. Uma segunda etapa de clarificação ultrafina é, portanto,
5 proposta (loc. cit., página 94). Um processo como esse é muito complicado e, além disso, membranas de aço inoxidável são muito caras.

"Udo Rau, *Biopolimers*, Editor A. Steinbüchel, Volume 6, páginas 63 a 79, *WILEY-VCH Publishers, New York, 2002*" descreve a preparação de esquizofilano por fermentação contínua ou em lotes.
10 Centrifugação e microfiltração de fluxo cruzado são recomendadas para recuperar a célula e esquizofilano sem fragmento celular (loc. cit., página 78, seção 10,1). Para a microfiltração de fluxo cruzado, o uso de membranas de aço inoxidável sinterizadas com um tamanho de poro de 10 μm é proposto nela. O permeato assim obtido deve, entretanto, ser purificado novamente por
15 meio de diafiltração e, opcionalmente, ser adicionalmente purificado por meio de microfiltração de fluxo cruzado (loc. cit., página 78, seção 10.2). Um processo como esse é muito complicado e, além disso, membranas de aço inoxidável são muito caras.

"*GIT Fachzeitung Labor* 12/92, páginas 1233 – 1238"
20 descreve uma preparação contínua de β -1,3-glucanos ramificados com reciclagem celular. Primeiro, uma filtração de fluxo cruzado por meio de membranas de aço inoxidável que tem um tamanho de poro de 200 μm é proposta para separar os β -1,3-glucanos ramificados da circulação de fermentação. O permeato contendo polímero obtido é, entretanto, ainda
25 contaminado com grandes quantidades dos fragmentos celulares e deve ser subsequentemente purificado em uma segunda etapa. Uma filtração de leite profundo usando um filtro de leite profundo de fibra de vidro, uma filtração de pressão de três estágios e centrifugação são propostas para este propósito. Como um processo adicional para o segundo estágio de purificação, os

autores investigaram sem êxito filtração de fluxo cruzado das membranas cerâmicas. Em decorrência de seus experimentos, eles tiraram a conclusão de que microfiltração de fluxo cruzado não é adequada para separação de célula de suspensões de cultura de alta viscosidade contendo micélio. O permeato
5 obtido é finalmente subsequentemente purificado em um terceiro estágio de purificação por meio de diafiltração. Um processo de três estágios como esse é, entretanto, muito complicado e dessa maneira inadequado para um processo de produção industrial.

A WO 03/016545 A2 revela um processo contínuo para a
10 preparação de escleroglucanos usando *Sclerotium rolfsii*. Para purificação, é descrita uma filtração de fluxo cruzado usando filtros de aço inoxidável com um tamanho de poro de 20 μm com uma velocidade de fluxo transmembrana de pelo menos 7 m/s. Entretanto, um filtro de 20 μm não é suficiente para separar partículas muito pequenas.

15 É verdade que em princípio a remoção de partículas finas pode ser melhorada pelo uso de membranas de filtro mais finas. Com menor tamanho de poro, entretanto, as membranas de filtro também retêm cada vez mais os glucanos de uma maneira indesejada, em particular as frações com pesos moleculares muito altos. Além disso, membranas mais finas exigem
20 maiores pressões do filtro e o risco de que o fungo possa ser submetido a um excesso de carga mecânica, portanto, aumenta. Deve-se evitar destruição e lise de células, e virtude de o polímero a ser preparado será contaminado por meio disso.

Além disso, por motivos econômicos, a concentração de
25 soluções aquosas de glucano obtida deve ser tão alta quanto possível, isto é, primeiramente ser capaz de usar usinas de fermentação tão pequenas quanto possível e em segundo lugar garantir esforço de transporte tão pequeno quanto possível para transportar as soluções aquosas de glucano do sítio de produção para o local de uso. Por motivos econômicos, uma concentração de

pelo menos 3 g/L de glucano deve ser tentada. Soluções de glucano com uma alta concentração como essa têm viscosidade muito alta e, além disso, têm uma alta viscosidade estrutural. Tais soluções são difíceis de filtrar. Quanto maior a concentração, mais difícil é a etapa de filtração.

5 Foi um objetivo da presente invenção prover um processo econômico para a preparação de soluções de β -1,3-glucanos ramificados, onde as soluções devem ter as qualidades suficientes para uso em produção terciária de óleo mineral. Além de uma alta viscosidade específica, as soluções devem em particular ter um teor de células e fragmentos celulares
10 tão baixo quanto possível. Com os filtrados, valores de especificação de filtrabilidade MPFR $< 2,5$ devem ser obtidos com filtros Isopore de 1,2 μm .

Dessa maneira, um processo para a preparação de soluções aquosas de glucanos com uma cadeia principal β -1,3-glicosidicamente ligada e grupos laterais com uma ligação β -1,6-glicosídica nela foi observado, o
15 processo compreendendo a fermentação de cepas fúngicas, que secretam glucanos da dita estrutura, em um meio de cultura aquoso, e separação subsequente de uma solução aquosa do glucano resultante do caldo de fermentação aquoso compreendendo glucanos e biomassa por microfiltração de fluxo cruzado, membranas de filtro assimétricas compreendendo pelo
20 menos uma camada de um material de suporte e pelo menos uma camada de separação sendo usada para a microfiltração de fluxo cruzado, o tamanho de poro da camada de separação sendo de 1 μm a 10 μm e o tamanho de poro do material de suporte sendo de 5 μm a 100 μm , com a condição de que o tamanho de poro da camada de separação seja pelo menos 1 μm maior que o
25 tamanho de poro do material de suporte, e a velocidade de fluxo do fluxo cruzado sendo de 0,2 m/s a 20 m/s e a pressão transmembrana sendo de 0,1 a 10 bar.

Lista das figuras

Figura 1: diagrama esquemático de um aparelho de filtração

preferido.

Figura 2: diagrama esquemático do aparelho usado para os experimentos e experimentos comparativos.

Com relação a invenção, o seguinte pode ser declarado especificamente:

Versados na técnica entendem que “Glucanos” são homopolissacarídeos que são compostos exclusivamente de unidades de glicose. Por meio do processo de acordo com a invenção, uma classe específica de glucanos é preparada, e em particular aquelas que compreendem uma cadeia principal de unidades de glicose e grupos laterais β -1,3-glicosicamente ligadas com uma ligação β -1,6-glicosídica nelas e compreendendo unidades de glicose. Preferivelmente, os grupos laterais consistem em uma única unidade de glicose β -1,6-glicosicamente ligada, onde em termos estatísticos cada terceira unidade da cadeia principal tem uma ligação β -1,6-glicosídica em uma unidade de glicose adicional.

Tais cepas fúngicas que secretam glucanos são conhecidas pelos versados na técnica. Exemplos compreendem *Schizophyllum commune*, *Sclerotium rolfii*, *Sclerotium glucanicum*, *Monilinia fructigena*, *Lentinula edodes* or *Botrytis cinera*. Cepas fúngicas adequadas são, além disso, mencionadas, por exemplo, em EP 271 907 A2 e EP 504 673 A1, em cada caso na reivindicação 1. Preferivelmente, as cepas fúngicas usadas são *Schizophyllum commune* ou *Sclerotium rolfii* e em particular preferivelmente *Schizophyllum commune*, que secretam um glucano no qual, em uma cadeia principal compreendendo unidades de glicose β -1,3-glicosidicamente ligadas, em termos estatísticos, cada terceira unidade da cadeia principal tem uma ligação β -1,6-glicosídica com uma unidade de glicose adicional, isto é, o glucano é preferivelmente o assim chamado esquizofilano. Esquizofilanos típicos têm um peso molecular médio M_w de cerca de 5 a cerca de $25 \cdot 10^6$ g/mol.

Em uma primeira etapa do processo, os fungos são fermentados em um meio de cultura aquoso adequado. No curso da fermentação, os fungos secretam a classe supramencionada de glucanos no caldo de fermentação aquoso.

5 Processos para a fermentação de tais cepas fúngicas são conhecidos em princípio pelos versados na técnica, por exemplo, de EP 271 907 A2, EP 504 673 A1, DE 40 12 238 A1, WO 03/016545 A2 e “*Udo Rau, “Biosynthese, Produktion und Eigenschaften von extrazellulären Pilz-Glucanon”, Habilitationsschrift, Technical University de Brunswick, 1997*”,
10 que em cada caso também menciona meio de cultura adequado.

De acordo com a invenção, os fungos podem ser cultivados, por exemplo, em um meio de cultura aquoso a uma temperatura de 15°C a 40°C, preferivelmente de 25 a 30°C e, por exemplo, a cerca de 27°C, preferivelmente com aeração e movimento, por exemplo, usando um agitador.

15 No processo de acordo com a invenção, a fermentação deve preferivelmente correr de uma maneira tal que a concentração dos glucanos a ser preparada seja pelo menos 3 g/L no caldo de fermentação a ser filtrado. O limite superior em princípio não é limitado. Depende da viscosidade que pode ainda ser lidado pelo aparelho de fermentação usado em cada caso.

20 Finalmente, uma solução aquosa compreendendo glucanos é separada por microfiltração de fluxo cruzado do caldo de fermentação que compreende glucanos e biomassa dissolvida (células fúngicas e opcionalmente célula constituinte), um caldo de fermentação aquoso no qual a biomassa tem uma concentração maior que remanescente de antemão.

25 Em uma modalidade do processo, a fermentação é realizada em um recipiente de fermentação e o conteúdo do tanque de fermentação depois da fermentação é filtrado de acordo com a invenção com o uso de membranas de filtro assimétricas.

Em uma modalidade adicional da invenção, a fermentação é

realizada em uma usina adequada que compreende pelo menos um recipiente de fermentação. Caldo de fermentação é removido continuamente ou de tempo em tempo da usina por meio de uma corrente lateral, e uma solução aquosa compreendendo glucanos é separada por filtração disto por
5 microfiltração de fluxo cruzado. O caldo de fermentação aquoso remanescente no qual a biomassa tem uma maior concentração que de antemão pode ser pelo menos parcialmente reciclado para o recipiente de fermentação.

O processo de microfiltração de fluxo cruzado é conhecido em
10 princípio pelos versados na técnica e é descrito, por exemplo, em "*Melin, Rautenbach, Membranverfahren, Springer-Verlag, 3rd edition, 2007, página 309 a página 366*". Aqui, "microfiltração" é entendida pelos versados na técnica como a remoção de partículas com um tamanho de cerca de 0,1 μm a cerca de 10 μm .

15 Na filtração de fluxo cruzado, uma corrente do líquido a ser filtrado é aplicada, por exemplo, por uma bomba de circulação adequada, paralelo com a superfície da membrana usada como material de filtração. Uma corrente líquida, portanto, continuamente escoar na membrana do filtro, e a formação de depósitos na superfície da membrana é impedida ou pelo
20 menos dessa forma reduzida. Em princípio, todos os tipos de bomba são adequados como a bomba. Por causa da alta viscosidade do meio a ser transportado, entretanto, em particular, bombas de deslocamento positivo e muito particularmente bombas de parafuso excêntricas e bombas de pistão rotativas têm se mostrado adequadas.

25 De acordo com a invenção, membranas de filtro assimétricas são usadas para a microfiltração de fluxo cruzado. Membranas de filtro assimétricas consistem em pelo menos duas diferentes camadas com diferente tamanho de poro, isto é, de pelo menos uma camada de suporte e uma camada de separação. A camada de suporte é relativamente espessa e tem poros

relativamente grandes. Ela confere a resistência mecânica à membrana do filtro. Pelo menos uma camada de separação com poros mais finos do que os poros da camada de suporte é aplicada na camada de suporte. Por exemplo, porosimetria de mercúrio pode ser usada de uma maneira conhecida em
5 princípio para medir o tamanho de poros. Opcionalmente, uma ou mais camadas intermediárias podem também ser arranjadas entre a camada de separação e a camada de suporte.

As membranas assimétricas podem ser, por exemplo, membranas metálicas ou membranas cerâmicas. As membranas assimétricas
10 usadas são preferivelmente membranas cerâmicas assimétricas. Detalhes de membranas cerâmicas assimétricas são descritos, por exemplo, em "*Melin, Rautenbach, Membranverfahren, Springer-Verlag, 3rd edition, 2007, página 51 a página 52*".

O corpo de membrana cerâmica ou metálica é produzido a
15 partir do material de suporte. Formas adequadas desses corpos da membrana são conhecidas pelos versados na técnica e são escolhidas pelos versados na técnica de acordo com o projeto do aparelho do filtro. Elas podem ser formadas, por exemplo, como uma membrana plana ou membrana tubular. Membranas planas são estruturas tipo disco. Membranas tubulares são
20 estruturas tubulares que têm um canal (membrana de canal único) ou uma pluralidade de canais (membrana multicanais). O diâmetro interno dos canais de membranas tubulares é por via de regra de 1 mm a 25 mm, em particular de 2 mm a 12,5 mm. Os canais não precisam ser redondos, mas formas irregulares, tais como, por exemplo, polígonos com ápices arredondados, são
25 também possíveis. As membranas tubulares têm por via de regra de 0,1 m a 5 m de comprimento, preferivelmente de 0,5 a 2 m. Membranas tubulares de 1 m a 1,2 m em comprimento são comercialmente disponíveis. É também possível que uma pluralidade de membranas tubulares seja arranjada uma atrás da outra ou paralela uma com a outra, opcionalmente também em

diferentes alojamentos, assim chamados módulos de membrana.

No caso de membranas de filtro cerâmicas, o material de suporte consiste em um material inorgânico poroso, tais como, por exemplo, alumina, sílica, carboneto de silício, óxido de zircônio, óxido de titânio ou misturas dessas substâncias. No caso de membranas metálicas, metal sinterizado, tais como, por exemplo, aço inoxidável, Hastelloy, Inconell ou titânio, é usado como material de suporte. Combinações de material, por exemplo, de suportes de metal sinterizado e camadas de separação de cerâmica, são também possíveis. No caso de membranas de canal único ou membranas planas, o material de suporte tem por via de regra de 0,05 a 10 mm de espessura, preferivelmente de 1 mm a 5 mm.

O uso de membranas multicanais é particularmente preferido. No caso de membranas multicanais, o material de suporte forma uma moldagem, por exemplo, um molde redondo ou hexagonal, no qual os canais supramencionados são conduzidos. O diâmetro externo de uma moldagem como essa para membranas multicanais é por via de regra de 5 mm a 100 mm, preferivelmente de 10 mm a 50 mm.

No processo de acordo com a invenção para a preparação de glucanos com uma cadeia principal β -1,3-glicosidicamente ligada e grupos laterais com uma solução de β -1,6-glicosídica ligado neles, o tamanho de poro do material de suporte é de 5 μ m a 100 μ m, preferivelmente de 7 μ m a 100 μ m e em particular preferivelmente de 10 μ m a 60 μ m.

Os ditos valores são em cada caso o tamanho de poro D90. O termo "tamanho de poro D90" é conhecido pelos versados na técnica. Ele é determinado a partir de uma curva de distribuição e tamanho de poro do material de suporte, o "tamanho de poro D90" sendo que tamanho de poro no qual 90 % do volume do poro do material têm um tamanho de poro \leq tamanho de poro D90. A distribuição de tamanho de poro de um material pode ser determinada, por exemplo, por meio de porosimetria de mercúrio

e/ou processos de adsorção de gás. Esses processos são conhecidos em princípio pelos versados na técnica e são descritos, por exemplo, nas normas relevantes ISO 15901-1 EN, ISO 15901-2 EN e ISO 15901-3 EN.

5 Opcionalmente, uma ou mais camadas intermediárias podem ser aplicadas no material de suporte. A camada de suporte ou camadas intermediárias opcionalmente presentes é ou são seguidas por uma camada de separação. O tamanho de poro médio da camada de separação é de 1 a 10 μm , preferivelmente de 1 μm a 6 μm e em particular preferivelmente de 2 μm a 5 μm . Os valores são, conforme descrito anteriormente, tamanho de
10 poros D90.

Os tamanhos de poro da camada de suporte e da camada de separação são escolhidos em cada caso pelos versados na técnica de forma que o tamanho de poro da camada de suporte seja pelo menos 1 μm maior que o da camada de separação. Preferivelmente, o tamanho de poro da camada de
15 suporte é pelo menos 5 μm maior que aquele da camada de separação, em particular preferivelmente pelo menos 10 μm e, por exemplo, pelo menos 20 μm .

A camada de separação e as camadas intermediárias podem consistir, por exemplo, em alumina, sílica, carboneto de silício, óxido de
20 zircônio, óxido de titânio, misturas dessas substâncias ou ligas metálicas. Não é necessário que a camada de separação, as camadas intermediárias e o material de suporte sejam produzidos das mesmas substâncias; frequentemente, precisamente a combinação de diferentes substâncias é vantajosa.

25 A espessura das camadas intermediárias opcionalmente presentes é de 1 μm a 500 μm . A espessura média da camada de separação é por via de regra de 1 μm a 50 μm , preferivelmente de 5 μm a 200 μm . As camadas intermediárias têm tamanhos de poro que são entre o tamanho de poro respectivamente escolhido do material de suporte e o tamanho de poro

da camada de separação.

Para realizar o processo de acordo com a invenção, as membranas de filtro assimétricas são instaladas em aparelhos de filtro adequados. Projetos de aparelhos de filtro adequados são conhecidos em princípio pelos versados na técnica. É vantajoso que a camada de separação esteja presente entre o material de suporte e espaço de retentato, sem a invenção ser limitada a isso.

Preferivelmente, membranas tubulares podem ser usadas para realizar o processo de acordo com a invenção. No caso de membranas tubulares, o retentato é preferivelmente passado através do interior do canal ou dos canais, e o permeato dessa maneira emerge através das paredes do material de suporte no espaço de permeato. É menos preferível que o retentato esteja presente do lado de fora do canal ou dos canais e que o permeato seja coletado no interior do canal ou dos canais.

As membranas tubulares podem ser usadas como os assim chamados elementos monocanais. Entretanto, o uso de elementos multicanais é preferido. Esses elementos têm a vantagem da maior área de membrana em combinação com a mesma exigência de espaço, instalação mais simples e consequentemente custos de capital substancialmente menores. No caso desses elementos da membrana, entretanto, o permeato deve penetrar o corpo de suporte total a fim de emergir do elemento da membrana. No caso de substâncias com viscosidade estrutural, a viscosidade é particularmente alta a baixas velocidades de fluxo, que torna a passagem de uma solução de glucano através do corpo de suporte mais difícil. Presumiu-se, portanto, que, devido ao longo caminho e o fluxo mais complicado do permeato através do corpo de suporte, elementos multicanais não podem ser adequados para a filtração de soluções de esquizofilano.

Entretanto, observou-se que, apesar da alta viscosidade e propriedade de viscosidade estrutural do permeato, o uso de elementos

multicanais é possível e alto fluxo de permeato pode ser obtido mesmo a baixas pressões de transmembrana.

De acordo com a invenção, a velocidade de fluxo do fluxo cruzado deve ser de 0,2 m/s a 20 m/s, preferivelmente de 0,5 m/s a 7 m/s e em particular preferivelmente de 1 m/s a 6 m/s. Uma velocidade de fluxo que é muito baixa é desvantajosa uma vez que a membrana então rapidamente torna-se bloqueada; devido a grande quantidade de retentato a ser circulada, uma velocidade de fluxo que é muito alta causa custos desnecessariamente altos.

A pressão transmembrana é por via de regra de 0,1 bar a 10 bar, preferivelmente de 0,5 bar a 6 bar e muito particularmente de 1 bar a 4 bar.

A temperatura na qual a microfiltração de fluxo cruzado é realizada não é crítica e é por via de regra de 5°C a 150°C, preferivelmente de 10 a 80°C e em particular preferivelmente de 15 a 40°C. Se as células a ser separadas por filtração tiverem que ser mortas, isto é, por exemplo, em processos com reciclagem da biomassa, a temperatura deve ser de 15°C a 40°C.

Uma modalidade preferida de uma unidade de filtro para ser usada de acordo com a invenção é mostrada na figura 1. O aparelho preferido compreende uma bomba de circulação P, um módulo do filtro F e um trocador de calor W. Por meio da bomba P, o fluxo cruzado supramencionado do líquido na superfície da membrana arranjada no aparelho do filtro F é produzido. O conteúdo da usina pode ser controlado por termostato por meio de um trocador de calor W.

O aparelho de filtro F consiste em um alojamento no qual uma membrana é introduzida como uma partição. O alojamento é dividido pela membrana em um assim chamado espaço de retentato e um espaço de permeato. O líquido que chega da bomba P, referido como alimentação, é a

solução de glucano, que é contaminada com a biomassa. A alimentação entra no espaço de retentato por meio de pelo menos uma alimentação. Uma corrente líquida, referida como concentrado, aparece novamente do espaço de retentato através de pelo menos uma descarga. A pressão no espaço de retentato é maior que a pressão no espaço de permeato. A diferença de pressão é referida como pressão transmembrana. Uma parte da corrente de alimentação passa através da membrana e é coletada no espaço de permeato. Esta parte do líquido que passa, referida como permeato, é a solução de glucano separada da biomassa.

Em uma modalidade adicional da invenção, altas forças de cisalhamento podem ser obtidas na superfície da membrana usando componentes internos rotativos ou girando a própria membrana. Neste caso, o termo filtração de fluxo cruzado dinâmica é também usado. Aparelhos para realizar uma microfiltração de fluxo cruzado dinâmica são conhecidos pelos versados na técnica e podem ser adquiridos, por exemplo, com o nome módulo DynaMem pela Buss-SMS-Cancle GmbH, Düren. Com o uso de um aparelho de microfiltração de fluxo cruzado dinâmica como esse, as membranas cerâmicas assimétricas descritas são usadas em forma de disco.

O tempo de operação da usina de filtração de membrana pode opcionalmente ser prolongado por retrolavagem regular com permeato. Para este propósito, uma pressão que é maior que a pressão no espaço de retentato é aplicada em intervalos regulares no espaço de permeato e uma certa quantidade de permeato é forçada para trás através da membrana no espaço de retentato por um tempo definido. Esta retrolavagem pode ser realizada, por exemplo, forçando nitrogênio no espaço de permeato, por uma bomba de retrolavagem ou pelo uso de um sistema de pistão, vendido, por exemplo, com o nome "BACKPULSE DECOLMATEUR BF 100" por Pall, Bad Kreuznach. A retrolavagem deve ser realizada em intervalos de 1 minuto a 5 horas, preferivelmente em um intervalo de 2 minutos a 60 minutos, sem

querer limitar a invenção a este ciclo de tempo. A quantidade de permeato retrolavado é preferivelmente na faixa de 0,05 a 5 litros por m^2 da área da membrana, mas preferivelmente na faixa de 0,1 a 2 litros por m^2 da área da membrana.

- 5 Dependendo da qualidade da descarga de fermentação usada, pode ser necessário limpar as membranas de filtro usadas em um momento apropriado. A limpeza das membranas de filtro pode ser realizada tratando as membranas com uma solução de limpeza adequada a uma temperatura de 20°C a 100°C, em particular de 40°C a 80°C. Ácidos (ácidos minerais, tais
- 10 como, por exemplo, ácido fosfórico, ácido nítrico, ou ácidos orgânicos, tal como, por exemplo, ácido fórmico) podem ser usados como solução de limpeza. A concentração de ácido é por via de regra a uma concentração de 1 % em peso a 10 % em peso. Melhores efeitos de limpeza são obtidos por via de regra pelo uso de álcali (por exemplo, solução de hidróxido de sódio,
- 15 solução de hidróxido de potássio). A concentração de álcali usada é de 0,1 % em peso a 20 % em peso. Pela adição de substâncias oxidantes, tais como, por exemplo, peróxido de hidrogênio, hipoclorito, em particular hipoclorito de sódio, ou ácido peracético, o efeito de limpeza pode ser substancialmente melhorado. A concentração das substâncias oxidantes deve ser de 0,5 % em
- 20 peso a 10 % em peso, em particular de 1 % em peso a 5 % em peso. A limpeza pode em particular preferivelmente ser realizada com uma mistura de peróxido de hidrogênio e álcali ou peróxido de hidrogênio e hipoclorito. A limpeza das membranas é realizada- durante a parada da usina- preferivelmente no estado instalado na usina de filtração de membrana, com a
- 25 ajuda de um sistema de limpeza no local (sistema CIP). Mostrou-se ser adequado realizar a limpeza das membranas de filtro assim que uma quantidade de 50 kg de permeato por m^2 de área de membrana a 5.000 kg de permeato por m^2 de área de membrana tiver sido obtida, preferivelmente de 50 kg de permeato por m^2 de área de membrana a 1.000 kg de permeato por

m².

Por meio do processo de acordo com a invenção, pode ser preparada uma solução de glucanos com uma cadeia principal β -1,3-glicosidicamente ligada e grupos laterais com um β -1,6-glicosídico ligado
5 neles que é adequado para produção terciária de óleo mineral de uma maneira simples.

As membranas assimétricas usadas de acordo com a invenção são econômicas. Devido ao alto fluxo de permeato, a usina de membrana exige baixos custos de capital e tem um baixo consumo de energia. As
10 membranas assimétricas têm grande vida útil.

A boa qualidade do produto é evidente a partir das boas propriedades de filtração, que são expressas pela baixa razão de filtração (valor MPFR). O valor MPFR do produto é de 1,001 a 2,5, mas em particular de 1,01 a 2,0.

15 O rendimento de esquizofilano, isto é, a quantidade de esquizofilano que pode ser recuperada da descarga de fermentação, com base na quantidade de esquizofilano presente na descarga de fermentação, é de 25 % a 97 %, em particular de 30 % a 95 % e particularmente muito preferível de 50 % a 93 %.

20 O rendimento de glucano pode opcionalmente ser aumentado pelo processo de diafiltração usando água, que é conhecido pelos versados na técnica.

Os exemplos seguintes são destinados a ilustrar a invenção com mais detalhes:

25 Determinação da razão de filtração (valor MPFR)

Princípio de medições:

Na determinação da razão de filtração de Millipore (valor MPFR), a quantidade de filtrado que corre através de um filtro definido é determinada em função do tempo. O valor MPFR é determinado de acordo

com a fórmula (I) seguinte

$$\text{MPFR} = (t_{190\text{g}} - t_{170\text{g}}) / (t_{70\text{g}} - t_{50\text{g}}) \quad (\text{I}),$$

onde as variáveis e a equação têm o seguinte significado:

$t_{190\text{g}}$ = tempo no qual 190 g de filtrado são obtidos,

$t_{170\text{g}}$ = tempo no qual 170 g de filtrado são obtidos,

5 $t_{70\text{g}}$ = tempo no qual 70 g de filtrado são obtidos,

$t_{50\text{g}}$ = tempo no qual 50 g de filtrado são obtidos.

Assim, em cada caso é determinado o período de tempo que é exigido para em cada caso de 20 g de filtrado escoar, isto é, em um momento inicial e em um momento final no processo de filtração, e o quociente é
10 calculado a partir dos dois períodos de tempo. Quanto maior o valor MPFR, tanto maior é a diminuição de velocidade de filtração com o aumento da duração do processo de filtração. Isto indica maior bloqueio do filtro, por exemplo, por géis ou partículas.

O valor MPFR é determinado pelo seguinte processo:

15

1. Equipamento

a) Aparelho de filtração de pressão Sartorius 16249; diâmetro do filtro 47 mm; com cilindro de digestão 200 mL ($\varnothing_i = 41$ mm)

b) Membrana Isopore 1,2 μm ; \varnothing 47 mm; No. RTTP04700

c) Balança

20

2. Preparação da solução de glucano

Primeiramente, 50 g de uma mistura da solução de glucano obtidos pelos experimentos e água ultrapura são preparados, isto é, em uma razão de maneira tal que a concentração do glucano seja 1,75 g/L. A mistura é agitada por 10 minutos e checada visualmente para homogeneidade. Se a
25 mistura estiver ainda heterogênea, agitação adicional é realizada até que a mistura fique homogênea. A mistura é então constituída até uma quantidade total de 250 g com 200 g de água ultrapura. Em seguida, agitação é realizada por pelo menos 1 hora para homogeneização, depois do que o pH é ajustado a

6,0 com 0,1 M de NaOH, e agitação é então realizada novamente por 15 minutos. O pH de 6,0 é checado novamente. A concentração final do glucano na mistura é 0,35 g/L.

3. Realização do teste de filtração

5 O teste de filtração é realizado à temperatura ambiente ($T = 25^{\circ}\text{C}$) a uma pressão de 1,0 bar (ar comprimido ou N_2).

- colocar a grade de suporte grosseira na bandeja da peneira
- colocar a grade de suporte fina na bandeja da peneira
- colocar o filtro de membrana no topo
- 10 - inserir a vedação (anel-O)
- parafusar a bandeja da peneira e torneira de saída no cilindro
- fechar a torneira de saída
- introduzir 220 g (cerca de 220 mL) de solução
- parafusar a tampa superior no cilindro
- 15 - prender no tubo de entrada de ar
- checar a pressão e ajustar a 1,0 bar
- colocar béquer na balança sob o aparelho de filtração. Tarar.
- abrir a torneira de saída
- o teste é interrompido quando não emergir mais filtrado.

20 Por meio da balança, a quantidade de filtrado é determinada em função do tempo. A massa indicada em cada caso pode ser lida visualmente, mas certamente, também automaticamente e avaliada.

Retenção:

25 A retenção R é usada para caracterizar o comportamento de separação da membrana (cf. Melin, Rautenbach, loc. cit., página 6).

$R = 1 - (\text{concentração de glucano no permeato})$ em um momento dividida pela concentração de glucano no retentato neste momento.

Uma vez que o glucano é obtido como permeato, a retenção

deve ser a mais lenta possível. No caso de uma microfiltração, a retenção é por via de regra maior que 0 %. Uma vez que a retenção pode mudar no curso de tempo, uma retenção média com o tempo é estabelecida como a característica.

- 5 Com as membranas de filtro usadas de acordo com a invenção, são obtidas retenções médias de menos que 60 %, em casos vantajosos mesmo menos que 30 %. Isto significa que o glucano pode ser substancialmente recuperado do caldo de fermentação.

Fator de concentração:

- 10 Na concentração do caldo de fermentação, o fator de concentração MK é uma quantidade importante. Ele é definido como a razão da massa do caldo de fermentação usado no tempo zero dividida pela massa do caldo de fermentação no final do isolamento de glucano. O fator de concentração deve ser tão grande quanto possível.

- 15 Com o processo de acordo com a invenção, fatores de concentração até 15, em casos vantajosos mesmo até 30, podem ser obtidos.

Exemplo comparativo

Filtração usando uma membrana do filtro simétrica

- O aparelho de filtração de fluxo cruzado usado é mostrado na
 20 figura 2. Ele consistiu em um receptor de camisa dupla B1 agitado com um volume de 120 litros, a bomba de parafuso excêntrica P1, o trocador de calor de feixe de tubo W1, a válvula de alívio de pressão V1 e os dois módulos de filtro F1 e F2. Os módulos de filtro F1 e F2 foram retrolavados com permeato por meio das válvulas de três vias V3 e V4 em intervalos de 300 segundos em
 25 cada caso, em cada caso com 200 mL de permeato, e a pressão de nitrogênio foi 7 bar. O conteúdo da usina de filtração de fluxo cruzado foi resfriado a 24°C por meio da camisa dupla do recipiente B1 e o trocador de calor W1.

Nos módulos de filtro F1 e F2, uma membrana tubular simétrica foi usada, isto é, um elemento de 5 canais da TAMI compreendendo

o ATZ cerâmico (alumina/titânia/zircônia). O tamanho de poro D90 da membrana foi 3,5 μm . A membrana teve uma estrutura simétrica e não possuiu nenhuma camada de separação ou camadas intermediárias. O comprimento do tubo da membrana foi 1 m e o diâmetro externo foi 20 mm.

- 5 A área de membrana de um elemento do módulo foi 0,11 m^2 . O diâmetro hidráulico de um canal foi 6 mm.

Schizophyllum commune foi usado para os experimentos, isto é, o esquizofilano descrito em "Udo Rau, *Biopolimers*, editor A. Steinbüchel, WILEY-VCH Publishers, Volume 6, páginas 63 a 79" foi preparado em uma fermentação em lote. O tempo de fermentação foi 96 horas. 99,6 kg deste caldo de fermentação (= alimentação) foram introduzidos no recipiente B1 (fig. 2) e circulados por 45 minutos a pressão 4 bar a uma taxa de circulação de 7 m^3/h por meio da bomba P1. O conteúdo do recipiente foi analisado e um conteúdo de 9,8 gramas de esquizofilano por litro foi determinado.

- 15 A taxa de circulação foi então ajustada a 5,1 m^3/h e uma pressão transmembrana de 1,1 bar aplicada. A vazão transmembrana foi 5 m/s. O permeato emergente dos módulos de filtro foi coletado e pesado. Durante os primeiros 10 minutos do experimento, 0,75 kg de permeato foi obtido. Isto corresponde a um fluxo de permeato de 20,4 $\text{kg}/\text{h}/\text{m}^2$. A pressão transmembrana foi 2,9 bar. A filtração foi operada por 16 horas e 6,18 kg de permeato foram obtidos neste momento. Na última hora, foi possível obter somente 5,4 g de permeato uma vez que as membranas foram virtualmente bloqueadas completamente.

- 25 O permeato coletado foi analisado e um conteúdo de glucano de 6,7 gramas por litro foi observado. O rendimento foi, portanto, somente 4 %. O valor MPFR do permeato foi 2,8 e a retenção média de glucano durante o experimento foi 32 %. O fator de concentração foi somente 1,07.

Exemplo Inventivo 1

Filtração usando uma membrana de filtro assimétrica

Novamente, o aparelho de filtração de fluxo cruzado descrito no exemplo 1 foi usado. Os módulos de filtro F1 e F2 foram retrolavados com permeato por meio das válvulas de três vias V3 e V4 em intervalos de 120 s em cada caso, em cada caso com 200 mL de permeato e a pressão do nitrogênio foi 4 bar. O conteúdo da usina de filtração de fluxo cruzado foi resfriado a 22°C pela camisa dupla do recipiente B1 e o trocador de calor W1.

Uma membrana tubular assimétrica compreendendo SIC foi usada nos módulos de filtro F1 e F2, isto é, um elemento de 37 canais (modelo "CRYSTAR, Type FT 3000" da St. Gobain). O tamanho de poro D90 das membranas foi 3,0 µm. O tamanho de poro D90 do material de suporte foi 30 µm. O comprimento do tubo da membrana foi 1 m e o diâmetro externo foi 32 mm. A área de membrana de um elemento do módulo foi 0,42 m². O diâmetro hidráulico de um canal foi 3,4 mm.

A descarga de fermentação descrita no exemplo 1 foi usada para os experimentos. 115 kg deste caldo de fermentação (= alimentação) foram introduzidos no recipiente B1 e circulados por 50 minutos a pressão 4 bar e uma taxa de circulação de 7 m³/h por meio da bomba P1. O conteúdo do recipiente foi analisado e um conteúdo de 8,7 gramas de esquizofilano por litro foi determinado.

Em seguida, a taxa de circulação foi ajustada a 4,1 m³/h e uma pressão transmembrana de 1,1 bar foi aplicada. A velocidade de fluxo transmembrana foi 1,7 m/s. O permeato emergente dos módulos de filtro foi coletado e pesado. 50 minutos depois do início da retirada do permeato, 25 kg de caldo de fermentação foram adicionados ao recipiente B1. 16 horas e 20 minutos depois do início da retirada do permeato, 40 kg de caldo de fermentação foram adicionados ao recipiente B1 e a taxa de circulação foi ajustada a 6,5 m³/h. Até neste momento, 77 kg de permeato foram obtidos. Isto corresponde a um fluxo de permeato médio de 5,6 kg/m²/h. Depois de 20 horas desde o início do experimento, mais 55 kg de caldo de fermentação

foram adicionados ao recipiente B1. Depois de 22,5 horas do início do experimento, 109 kg de permeato foram coletados no recipiente do permeato. O permeato foi analisado.

O valor MPFR do permeato nesta primeira etapa de filtração foi 1,3. O conteúdo de esquizofilano foi 6,9 gramas por litro (retenção média até este momento 26 %) e a viscosidade a 7/s foi 1.380 mPa·s.

O recipiente de coleta para o permeato foi agora mudado, mais 20 kg de caldo de fermentação foram adicionados ao recipiente B1 e a filtração foi operada por mais 19,5 horas. Neste momento, mais 85 kg de permeato foram obtidos. Isto corresponde a um fluxo de permeato médio de 5,1 kg/h/m².

O permeato coletado durante a segunda etapa de filtração foi analisado. O valor MPFR foi 1,2 e o conteúdo de esquizofilano foi 7,8 gramas por litro (retenção média durante o experimento total 29 %) e a viscosidade a 7/s foi 1.560 mPa·s.

O rendimento durante ambas etapas de filtração foi, portanto, 64 %. O fator de concentração foi 4,2.

Discussão

Os valores do exemplo comparativo e do exemplo são listados novamente na tabela 1 a seguir.

	Exemplo comparativo	Exemplo 1	
		Primeiro estágio	Segundo estágio
Valor MPFR	2,8	1,3	1,2
Retenção	32 %	26 %	29 %
Fator de concentração	1,07	4,2	
Rendimento	4 %	64 %	

Tabela 1

Os experimentos mostram que o produto filtrado de acordo com a invenção compreende substancialmente menos constituintes que podem bloquear o filtro de 1,2 µm durante a determinação do valor MPFR. Com o processo de acordo com a invenção, o caldo de fermentação pode ser concentrado até um valor muito maior. O rendimento no processo de acordo

com a invenção é substancialmente maior e, além disso, a retenção no exemplo de acordo com a invenção usando membranas de filtro assimétricas é substancialmente menor que na comparação usando membranas de filtro simétricas.

5 Exemplo inventivo 2

Filtração usando uma membrana de filtro assimétrica

Novamente, foi usado o aparelho de filtração de fluxo cruzado descrito no exemplo 1. Entretanto, o aparelho foi equipado, para retrolavagem do permeato, com dois sistemas de pistão "BACKPULSE DECOLMATEUR BF 100" (vide Figura 3, posições B3 e B4). Os módulos de filtro F1 e F2 foram retrolavados com permeato por meio das válvulas de esfera V3 e V4 em intervalos de 900 s em cada caso, em cada caso com 100 mL de permeato, e a pressão do nitrogênio foi 10 bar.

15 As duas camisas vizinhas do recipiente B1 e do trocador de calor W1 foram usadas para controlar a temperatura o conteúdo da unidade de filtração de fluxo cruzado a 29°C a 30°C.

Uma membrana tubular assimétrica compreendendo alumina foi usada nos módulos de filtro F1 e F2, isto é, um elemento de 19 canais (modelo "MEMBRALOX, Tipo EP 1940" da Pall). O tamanho de poro D90 das membranas foi 5,0 µm. O tamanho de poro D90 do material de suporte foi 12 µm. O comprimento do tubo da membrana foi 1.020 mm. O tubo da membrana tem a forma de um hexágono com quinas arredondadas, a distância entre duas quinas opostas sendo 31 mm e a distância entre duas arestas opostas sendo 28 mm. A área de membrana de um elemento do módulo foi 0,24 m². O diâmetro de um canal foi 4 mm.

Os experimentos foram realizados com uma descarga de fermentação preparada descrita no exemplo comparativo e contendo 8,3 gramas de esquizofilano por litro. No início dos experimentos, 100 kg deste caldo de fermentação (= alimentação) foram introduzidos no recipiente B1, a

taxa de circulação da bomba P1 foi ajustada a 2,8 m³/h e uma pressão transmembrana de 0,9 bar. A velocidade de fluxo transmembrana foi 1,6 m/s. O permeato emergente dos módulos de filtro foi coletado e pesado. 20 minutos depois do início da retirada do permeato, 41 kg de caldo de fermentação foram adicionados ao recipiente B1. 10 horas e 35 minutos depois do início da retirada do permeato, a pressão transmembrana aumentou para 1,8 bar. A retirada do permeato foi interrompida. Até este momento, 100,6 kg de permeato foram obtidos. Isto corresponde a um fluxo de permeato médio de 19,8 kg/m²/h. O permeato foi analisado. O valor MPFR do permeato nesta primeira etapa de filtração foi 1,7. O conteúdo de esquizofilano foi 6,3 gramas por litro.

O recipiente de coleta para o permeato foi agora mudado, mais 107 kg de caldo de fermentação foram adicionados ao recipiente B1 e a pressão transmembrana foi ajustada a 1,2 bar. Depois de 7 horas e 55 minutos a partir do início desta segunda etapa de filtração 24,3 kg de permeato foram recuperados. Isto corresponde a um fluxo de permeato médio de 6,4 kg/m²/h. A análise do permeato nesta primeira etapa de filtração deu um valor MPFR de 1,6 e um conteúdo de esquizofilano de 7,4 gramas por litro.

O recipiente de coleta para o permeato foi agora mudado e a filtração operada por mais 15 horas. Neste momento, mais 47,2 kg de permeato foram obtidos, a pressão transmembrana aumentou para 1,5 bar. O fluxo de permeato médio foi 6,6 kg/h/m². O permeato coletado durante a terceira etapa de filtração foi analisado. O valor MPFR foi 2,2, o conteúdo de esquizofilano foi 7,7 gramas por litro.

O rendimento de glucano durante as três etapas de filtração foi 57 %, o fator de concentração foi 3,3 e a retenção foi 28 %.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de soluções aquosas de glucanos com uma cadeia principal β -1,3-glicosidicamente ligada e grupos laterais com um β -1,6-glicosídico ligados nela compreendendo a fermentação de cepas
5 fúngicas que secretam glucanos da dita estrutura, em um meio de cultura aquoso, e separação subsequente de uma solução aquosa do glucano resultante do caldo de fermentação aquoso compreendendo glucanos e biomassa por microfiltração de fluxo cruzado, caracterizado pelo fato de que a concentração de glucanos no caldo de fermentação a ser filtrado é pelo menos
10 3 g/l, em que são usadas membranas de filtro assimétricas compreendendo pelo menos uma camada de um material de suporte e pelo menos uma camada de separação para a microfiltração de fluxo cruzado, o tamanho de poro da camada de separação sendo de 1 μ m a 10 μ m e o tamanho de poro do material de suporte sendo de 5 μ m a 100 μ m, com a condição de que o tamanho de
15 poro do material de suporte seja pelo menos 1 μ m maior que o tamanho de poro da camada de separação, e a velocidade de fluxo do fluxo cruzado sendo de 0,2 m/s a 20 m/s e a pressão de transmembrana sendo de 0,1 a 10 bar.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o tamanho de poro do material de suporte é pelo menos 5 μ m
20 maior que o tamanho de poro da camada de separação.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a fermentação é realizada a uma temperatura de 15 a 40°C com aeração e movimento.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as cepas fúngicas são *Schizophyllum commune* ou *Sclerotium rolfsii*.
25

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que membranas de filtro assimétricas cerâmicas são usadas.

6. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que membranas de filtro metálicas assimétricas são usadas.

5 7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que elementos multicanais são usados como membranas de filtro assimétricas.

8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que as membranas de filtro assimétricas são regularmente retrolavadas.

10 9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a fermentação é realizada em uma usina compreendendo pelo menos um recipiente de fermentação, caldo de fermentação compreendendo biomassa e glucano é removido da usina por meio de uma corrente lateral, uma solução aquosa de glucanos é separada por
15 filtração dela por meio de microfiltração de fluxo cruzado, pelo menos parte do caldo de fermentação remanescente compreendendo biomassa sendo reciclada para o recipiente de fermentação.

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que as membranas são limpas em intervalos
20 regulares com uma mistura de peróxido de hidrogênio e álcali, com a condição de que a limpeza seja realizada em cada caso tão logo uma quantidade de 50 kg de permeato por m² de área de membrana a 5.000 kg de permeato por m² de área de membrana tenha sido atingida desde a respectiva limpeza anterior.

25 11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que as membranas são limpas em intervalos regulares com uma mistura de hipoclorito e álcali, com a condição de que a limpeza seja realizada em cada caso tão logo uma quantidade de 50 kg de permeato por m² de área de membrana a 5.000 kg de permeato por m² de área
30 de membrana tenha sido atingida desde a respectiva limpeza anterior.

Figura 1

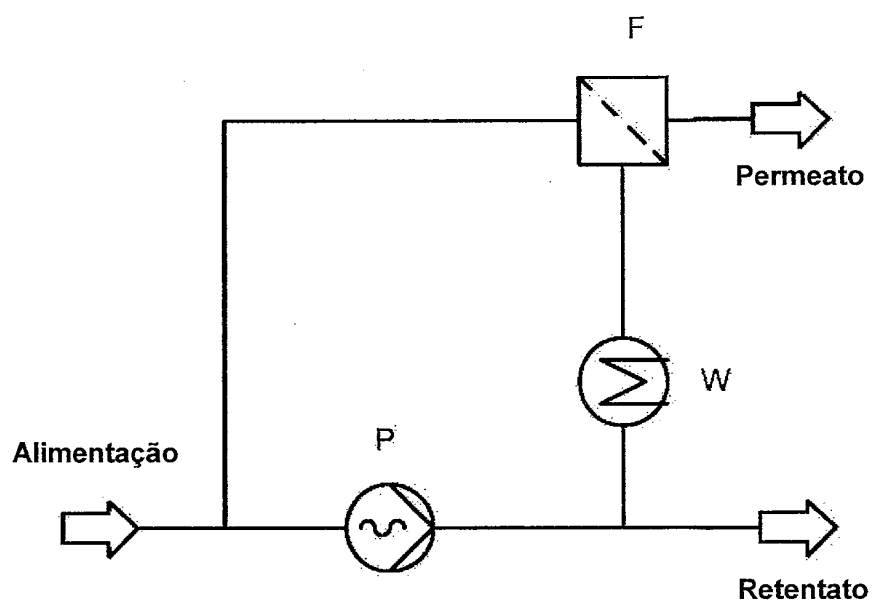


Figura 2

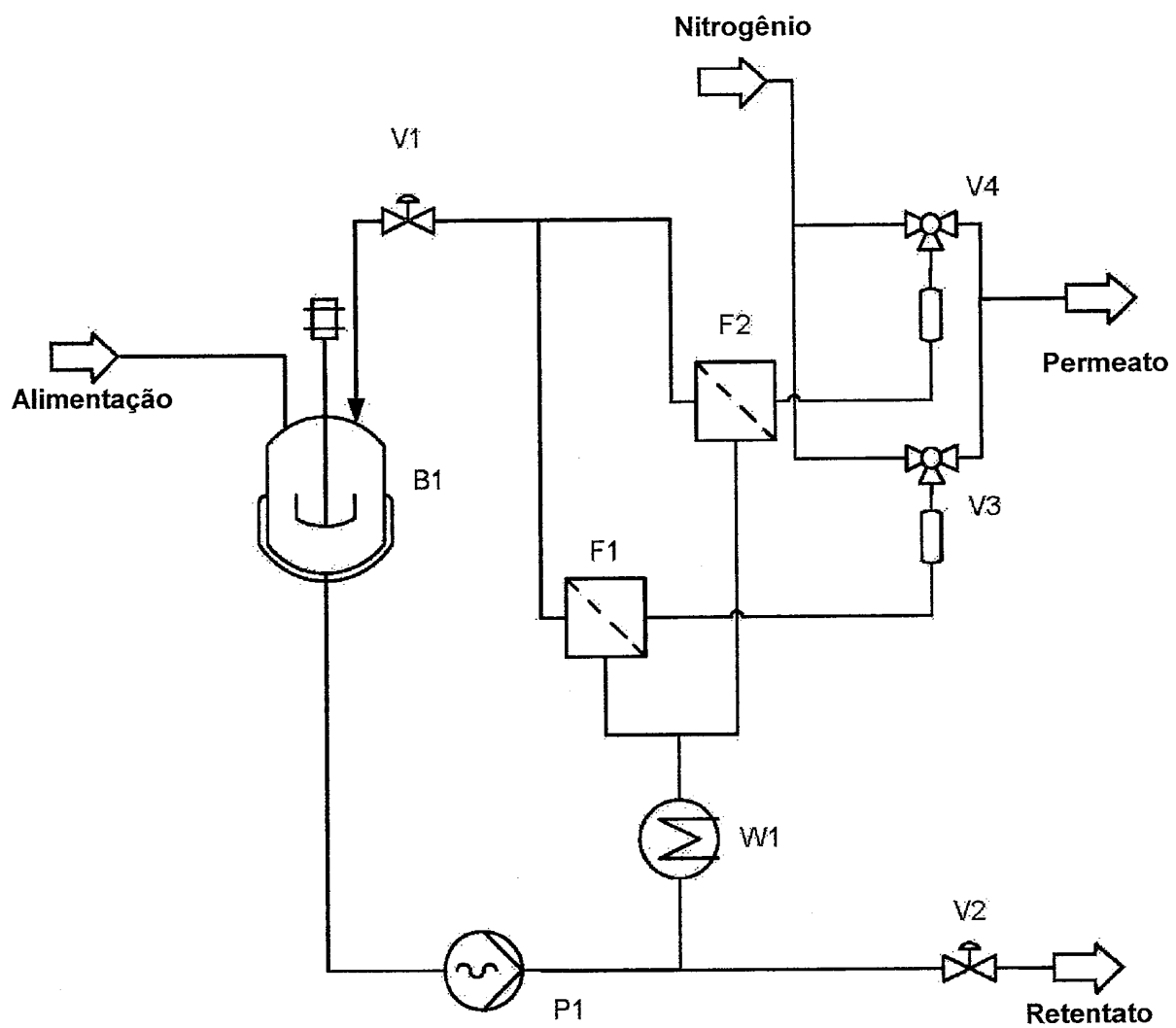


Figura 3

