

(11) *Número de Publicação:* **PT 726801 E**

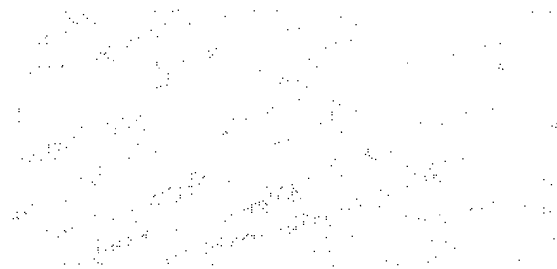
(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)
B01D015/02 A C07D305/14 B

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

<p>(22) <i>Data de depósito:</i> 1994.10.27</p> <p>(30) <i>Prioridade:</i> 1993.11.02 DE 4337289</p> <p>(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1996.08.21</p> <p>(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 2000.01.19</p>	<p>(73) <i>Titular(es):</i> RHÔNE-POULENC RORER GMBH POSTFACH 35 01 20 50792 KÖLN DE</p> <p>(72) <i>Inventor(es):</i> BERNHARD ULBRICH HEINZ JENDRNY DE DE</p> <p>(74) <i>Mandatário(s):</i> JOSÉ EDUARDO LOPES VIEIRA DE SAMPAIO RUA DO SALITRE, 195 R/C DTO 1250 LISBOA PT</p>
---	--

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DUMA MISTURA

(57) *Resumo:*



DESCRIÇÃO

"PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DUMA MISTURA"

A presente invenção refere-se a um processo para a separação de uma mistura que possui pelo menos dois componentes com as características do conceito genérico da reivindicação da patente 1.

Para separar misturas que possuem pelo menos dois componentes, sabe-se que é possível instalar uma fase separada, que correntemente se designa como fase estacionária, com a mistura a separar e, em seguida, eluir a fase carregada com a mistura com pelo menos um fluido. Se, no caso dos componentes a separar, se tratar de componentes que podem ser transferidos para a fase gasosa sem decomposição, então realiza-se a separação conhecida descrita antes por via cromatográfica em fase gasosa, isto é, a mistura a separar e o fluido utilizado para a eluição são ambos gasosos. Na separação cromatográfica em coluna, que é especialmente apropriada também para a separação dessas misturas, os seus componentes não podem ser transferidos para a fase gasosa sem decomposição ou modificações químicas, elui-se numa fase de separação colocada numa coluna (fase estacionária) depois da sua colocação com uma mistura com um líquido ou uma mistura de líquidos. Este método pode não somente ser utilizado para a separação de misturas para fins analíticos mas também para o isolamento preparativo em processos técnicos em grandes quantidades de correspondentes componentes a separar. Além disso, a maneira de proceder de cromatografia em coluna também pode ser utilizada para a purificação de substâncias.

O inconveniente da maneira de proceder por cromatografia em coluna preparativa descrita antes deve considerar-se o facto de, com ela, não ser possível atingir continuamente a partir da mistura uma separação e isolamento de determinados componentes. Pelo contrário, a maneira de proceder preparativa por cromatografia em coluna permite apenas um funcionamento descontínuo em cargas, isto é, em primeiro lugar deve eluir-se completamente a fase de separação carregada com a mistura a separar por meio do fluido e eventualmente regenerar para, em seguida, ser novamente carregada com a mistura a separar. Uma maneira de proceder em cargas deste tipo está no entanto ligada com custos relativamente altos.

Assim, a WO 92/07842 A e a US 4 758 349 descrevem processos de separação que trabalham descontinuamente em cargas, em que a WO 92/07842 A recorre a um processo de separação por cromatografia em fase líquida sob alta pressão e a US 4 758 349 A recorre a um processo de separação que utiliza uma multiplicidade de colunas que trabalham descontinuamente.

A partir da US 2 738 880 A conhece-se um processo de separação em que se trabalha com uma cinta transportadora, em que a cinta transportadora transporta a fase estacionária especialmente utilizada para a separação. Esta fase estacionária, no processo conhecido, possui uma constituição em várias camadas em que a primeira camada consiste numa mistura de um material adsorvente e um hidrocarboneto parafínico. Sobre esta primeira camada, coloca-se uma segunda camada em que a segunda camada já contém uma parte da mistura a separar. Sobre a fase estacionária assim obtida aplica-se ainda adicionalmente a mistura a separar.

Um processo com as características do conceito genérico da reivindicação 1

da patente é conhecido a partir da US 2 678 132 A. Neste processo conhecido, a mistura a separar é aplicada sobre uma fase de separação sólida colocada numa cinta de transporte de tal forma que a mistura a separar humedece completamente de maneira visível a fase de separação através da sua espessura. Por meio de uma orientação inclinada da banda de transporte com a fase de separação colocada sobre ela, no processo conhecido, a separação da mistura a separar nos componentes individuais realiza-se de modo que a fase de separação carregada é diluída com um fluido, por meio do que os componentes não absorvidos pela fase de separação da mistura a separar são arrastados pelo fluido.

A presente invenção tem como objectivo proporcionar um processo do tipo mencionado que permite uma separação contínua de uma mistura que consiste em pelo menos dois componentes.

Este objectivo é atingido de acordo com a presente invenção por um processo com as características específicas da reivindicação 1 da patente.

O processo de acordo com a invenção para a separação de uma mistura que possui pelo menos dois componentes prevê que uma fase sólida para a separação colocada sobre uma cinta transportadora seja completada com a mistura a separar em seguida a fase de separação carregada com mistura seja eluída com pelo menos um fluido. Neste caso, a fase de separação é transportada de uma primeira estação em que é completada com a mistura a separar para pelo menos uma segunda estação em que a fase de separação é diluída com o fluido, por intermédio de uma cinta de transporte, sendo a fase de separação continuamente carregada com a mistura a separar e igualmente continuamente diluída com o fluido. A fase para a separação sólida é de

acordo com o processo da invenção colocada na cinta transportadora horizontal com uma espessura da camada compreendida entre 0,1 cm e 30 cm, preferivelmente entre 2 cm e 15 cm, sendo na primeira estação aplicada só uma quantidade de solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar sobre a fase de separação horizontal de tal modo que a solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar sobre a espessura da fase de separação apenas molhe desigualmente a zona superior externa da fase de separação. Isto origina que, no processo de acordo com a invenção, ao contrário dos processos até agora conhecidos no estado da técnica, a mistura a separar constitua apenas a cerca de 5% a 25% da espessura da camada da fase de separação, em que no processo de acordo com a invenção como mistura a separar se utiliza um extracto de uma substância natural.

O processo de acordo com a invenção apresenta uma série de vantagens. Em primeiro lugar, como vantagem essencial verifica-se que o processo de acordo com a invenção permite uma maneira de funcionamento contínua na separação da mistura, especialmente também na separação de uma mistura de múltiplos componentes e então é especialmente vantajoso que o processo da invenção seja utilizado para o isolamento de grandes quantidades de componentes individuais que estão contidos na mistura a separar. Isto origina não só um considerável aumento da produção das quantidades de componentes individuais contidos na mistura mas também exerce simultaneamente um aumento nítido da produção, sem que seja necessário instalar dispositivos dispendiosos. É por consequência evidente que o processo de acordo com a presente invenção diminui drasticamente os custos para o isolamento dos componentes individuais da mistura. É também possível realizar o processo da invenção de maneira completamente

automática porque é simplesmente necessário adaptar a velocidade de transporte da fase de separação à velocidade de carregamento assim como à velocidade de diluição. Além disso, é possível, com meios especialmente simples, evitar reacções secundárias como por exemplo a oxidação dos componentes individuais da mistura porque para esse efeito é simplesmente necessário realizar o carregamento da fase de separação, o seu transporte da primeira para a segunda estação ou para outras estações subsequentes e/ou a eluição da fase de separação na segunda estação ou nas estações seguintes numa correspondente atmosfera, especialmente numa atmosfera de gases inertes ou sob vácuo. Isto também faz que os componentes individuais isolados de acordo com o processo da invenção da mistura sejam de preferência isentos de produtos secundários indesejados que se obtêm por meio de uma reacção química dos componentes individuais com a atmosfera ambiente de modo que se podem isolar de acordo com o processo da presente invenção ou uma elevada produção de quantidades. Além disso, o processo da invenção em cada estação individual permite trabalhar a uma temperatura óptima para a separação assim como a composição óptima para a separação do fluido de eluição utilizado nesta estação adaptado ao componente individual ou aos componentes individuais da mistura a separar nesta estação, o que não é possível nos procedimentos cromatográficos em coluna conhecidos.

A relativamente pequena infiltração da mistura a separar na fase de separação prevista no processo de acordo com a invenção assegura que a mistura a separar seja separada de maneira perfeita na subsequente eluição com o fluido, especialmente com o dissolvente orgânico de modo que correspondentemente se podem isolar fracções especialmente puras dos componentes individuais.

Surpreendentemente foi possível verificar que o processo de acordo com a invenção descrito antes é especialmente apropriado quando a mistura a separar é um extracto de uma substância natural. A partir de um extracto de substâncias naturais deste tipo torna-se então possível isolar os componentes individuais ou as fracções pretendidas de maneira especialmente rápida, económica e com a obtenção de elevada pureza por utilização do processo da invenção.

Um aperfeiçoamento especialmente apropriado do processo de acordo com a invenção descrito antes prevê que a fase de separação sólida seja transportada da primeira estação (estação de carregamento) para a segunda estação (estação de eluição) por meio de uma banda de transporte sem fim.

Dependendo da fase de separação sólida respectivamente utilizada, isto é, especialmente da composição química e da granulometria da fase de separação, o processo de acordo com a presente invenção dirige-se também à escolha da cinta transportadora. Assim por exemplo, utilizam-se cintas transportadoras que são formadas por tecido de fibras metálicas, fibras de polialquileno, fibras de poliéster, fibras de poliamida e fibras de poliamida aromática em que o número de malhas da bandas transportadoras deste tipo variam preferivelmente entre 20 malhas e 270 malhas, especialmente entre 60 malhas e 200 malhas. As bandas transportadoras deste tipo asseguram que, por um lado, não se verificam alterações indesejadas dos componentes individuais separados provocadas por uma alteração química do material da banda de transporte e, por outro lado, o fluido utilizado para a eluição atravesse a banda de transporte de maneira correcta.

Para colocar a mistura a separar em contacto com a fase de separação, no

processo de acordo com a invenção dissolve-se a mistura a separar com um fluido apropriado, especialmente um dissolvente orgânico, dispersa-se e/ou emulsiona-se. Em seguida, pulveriza-se esta solução, dispersão e/ou emulsão preferivelmente sobre a fase de separação.

Uma outra forma de realização do processo de acordo com a invenção prevê que, entre a primeira estação, na qual se realiza o carregamento da fase de separação com a mistura a separar e a segunda estação em que se elui a fase de separação carregada com a mistura carregada com o fluido, especialmente um dissolvente orgânico, se efectue uma secagem da fase de separação. Por outras palavras, por consequência, durante o transporte da fase de separação da primeira estação para a segunda estação, o fluido utilizado para a diluição da mistura a separar, especialmente dissolvente orgânico, é retirado pela secagem contínua da fase de separação de modo que correspondentemente, na segunda estação, é eluída uma fase de separação seca com o fluido especialmente um dissolvente orgânico ou uma mistura de dissolventes orgânicos. Uma variante deste tipo do processo de acordo com a presente invenção melhora a capacidade de separação e origina por consequência fracções especialmente puras dos componentes individuais da mistura. Por consequência, esta variante de realização do processo de acordo com a invenção é então sempre utilizado quando o fluido empregado para a preparação da solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar não é miscível ou não é compatível com o fluido que se utiliza na segunda estação para a eluição subsequente.

Se, de acordo com o processo da invenção, se separam misturas que possuem mais do que dois componentes ou mais do que duas fracções, então, em

ligação com a segunda estação prevê-se uma multiplicidade de outras estações para as quais a fase de separação carregada com a mistura a separar é transportada e eluída correspondentemente em cada uma das estações individuais. O número destas outras estações é controlado pelo número dos componentes a separar ou das fracções a separar. No caso de, por exemplo de acordo com o processo da invenção, se separar uma mistura que contem cinco componentes ou cinco fracções, então correspondentemente são necessárias cinco estações para eluição da fase de separação, isto é, além da segunda estação também quatro estações adicionais. Falando em geral, isto significa que o número das estações de eluição, isto é por consequência, o número da segunda estação assim como das estações seguintes, corresponde ao número dos componentes individuais a separar e/ou ao número das fracções a separar, sempre que na separação de acordo com a presente invenção devam ser separados todos os componentes ou todas as fracções.

No processo de acordo com a presente invenção, na realização do processo de acordo com a invenção, a fase de separação durante o seu transporte pode ser banhada com gás inerte de modo que se realize correspondentemente uma separação e isolamento especialmente cuidadosos dos componentes individuais da mistura. Além disso, a lavagem com gás inerte evita que se possam obter misturas gasosas explosivas quando a aplicação e/ou a eluição se realiza com líquidos que se evaporam facilmente e, por consequência, originam com o ar presente correspondentes misturas ar-vapor de fluido explosivas e/ou tóxicas. Como gás inerte no processo de acordo com a invenção utiliza-se preferivelmente azoto, dióxido de carbono e/ou gases nobres assim como misturas destes gases.

Dependendo do material da fase de separação respectivamente escolhido assim como da mistura respectivamente a separar, a fase de separação pode ser descartada depois de eluição e secagem. É no entanto especialmente conveniente que a fase de separação depois de realizada a eluição seja regenerada e eventualmente seca e depois seja reciclada e novamente utilizada. Esta variante de realização do processo de acordo com a invenção caracteriza-se por uma elevada eficiência económica e, além disso, é especialmente não nociva para o meio ambiente.

No processo de acordo com a presente invenção como fase de separação pode fundamentalmente utilizar-se qualquer material que também seja utilizado na cromatografia em coluna preparativa tradicional. No entanto, no processo de acordo com a presente invenção, utilizam-se especialmente gel de sílica, terra de diatomáceas e/ou óxido de alumínio, em que dependendo do respectivo problema de separação, as granulometrias das fases de separação especiais mencionadas antes variam entre 30 μm e 500 μm .

Para no processo de acordo com a presente invenção acelerar a separação da mistura, existe fundamentalmente a possibilidade de, na aplicação da mistura a separar e/ou na eluição, se utilizar fluido sob alta pressão. É no entanto especialmente apropriado que a operação de contacto da fase de separação com a mistura a separar e/ou a eluição da fase de separação carregada com a mistura se realizem com o fluido sob depressão tanto mais que, dessa forma, eventualmente também se abre a possibilidade de trabalhar sem utilização de um gás inerte, para evitar eficazmente as misturas explosivas ar-vapor de fluido.

No processo de acordo com a presente invenção como mistura a tratar

utiliza-se especialmente um extracto vegetal em que no entanto evidentemente também se pode utilizar um extracto que foi obtido por extracção de componentes de origem animal, por exemplo ovos ou semelhantes.

Uma forma de realização especialmente apropriada do processo de acordo com a invenção prevê que, no processo de acordo com a invenção, como mistura a separar se utilize um extracto obtido por extracção de partes de plantas de teixo, de preferência obtidas por extracção de espinhos de teixo ou casca de teixo. Neste caso foi possível verificar que, a partir de uma mistura de múltiplos componentes deste tipo, mediante utilização do processo de acordo com a presente invenção, preferivelmente mediante utilização do processo de acordo com a presente invenção pode isolar com rendibilidade e completamente, um componente individual pretendido, especialmente a 10-desacetilbacatina III, por utilização do processo de acordo com a invenção com elevada pureza, especialmente com um grau de pureza superior a 80% em peso e preferivelmente entre 92% em peso e 98% em peso, o que não é o caso do processo cromatográfico em coluna conhecido.

Especialmente na forma de realização descrita antes do processo de acordo com a invenção, em que como mistura a separar o extracto referido antes, obtido a partir de partes da planta de teixo e preferivelmente de espinhos de teixo, é aplicado em conjunto com um dissolvente, especialmente acetato de butilo sobre a fase de separação e especialmente se pulveriza. Neste caso consegue-se que o extracto utilizado e que possui acetato de butilo contenha a 10-desacetilbacatina III (10-DAB) numa concentração compreendida entre 3% em peso e 20% em peso, de tal maneira que depois da separação pelo processo de acordo com a presente invenção se obtenha uma

10-desacetilbacatina III (DAB) de elevada pureza que possui menos do que 20% em peso e especialmente menos do que 8% em peso a 2% em peso de impurezas.

Para se possibilitar por meio do processo de acordo com a presente invenção o isolamento antes descrito da 10-desacetilbacatina III (10-DAB) sob a forma de elevada pureza utiliza-se neste caso preferivelmente como fase de separação gel de sílica e como fluido eluente um álcool e/ou uma mistura de álcoois, especialmente um álcool em C₁-C₄ e/ou uma mistura de álcoois em C₁-C₄.

O processo de acordo com a presente invenção é também especialmente apropriado no caso de a mistura a separar ser lecitina bruta, especialmente a lecitina bruta obtida a partir de semente de soja. Assim, por utilização do processo de acordo com a presente invenção, a partir da lecitina bruta ou da lecitina pura podem-se isolar determinados componentes individuais ou frações de componentes individuais como se descreve seguidamente de maneira mais concreta nalguns exemplos de realização.

Neste caso, sob o termo " lecitina bruta" especialmente lecitina de soja, entende-se uma mistura que possui a seguinte composição :

- 12 - 21% em peso de fosfatidilcolina,
- 12- 20% em peso de fosfatidiletanolamina,
- 8 - 14% em peso de fosfatidilinositol,
- 8 - 14% em peso de ácido fosfatidico,
- 2 - 5% em peso de N-acil-fosfatidil-etanolamina,
- 26 - 51% em peso de óleo,
- 5 - 10% em peso de outros fosfolípidos,

5 - 10% em peso de glicolípidos assim como

2 - 5% em peso de esteróis, hidrato de carbono, água ou outra impurezas.

Em comparação com a lecitina bruta descrita antes, a lecitina bruta desoleada que também se designa como lecitina pura ou granulada de lecitina possui um teor de fosfatidilcolina que varia entre 15% e 35%, enquanto, com excepção da concentração de óleo antes mencionada, os restantes componentes (fosfatidiletanolamina, fosfatidilinositol, ácido fosfatídico, N-acil-fosfatidiletanolamina, outros fosfolípidos) estão presentes em proporções em massa iguais às da lecitina bruta aplicada antes. A partir desta lecitina (lecitina bruta ou lecitina pura) podem-se então por exemplo, por utilização do processo de acordo com a presente invenção em dependência dos respectivos parâmetros do processo utilizados, especialmente da fase de separação utilizada, da temperatura, da velocidade de transporte da fase de separação, do dissolvente utilizado para a eluição e/ou da espessura da camada da fase de separação, não só isolar produtos individuais como por exemplo fosfolípidos numa concentração de pelo menos 90% em peso de fosfatidilcolina, mas também determinadas fracções definidas na sua composição, como especialmente fracções que contêm

77 - 87% em peso de fosfatidilcolina,

0 - 4% em peso de fosfatidiletanolamina,

0 - 4% em peso de fosfatidilinositol,

0 - 1% em peso de ácido fosfatídico,

- 1 - 5% em peso de óleo assim como
- 0 - 22% em peso de outras impurezas;
- ou
- 65 - 85% em peso de fosfatidilcolina,
- 0 - 8% em peso de fosfatidiletanolamina,
- 0 - 4% em peso de fosfatidilinositol,
- 0 - 10% em peso de ácido fosfatídico,
- 0 - 10% em peso de óleo assim como
- 0 - 35% em peso de outros componentes acessórios
- ou
- 73 - 93% em peso de fosfatidilcolina,
- 0 - 6% em peso de fosfatidiletanolamina,
- 0 - 4% em peso de fosfatidilinositol,
- 0 - 10% em peso de ácido fosfatídico,
- 0 - 5% em peso de óleo assim como
- 0 - 27% em peso de outros componentes acessórios.

Como já se referiu antes, no processo de acordo com a invenção como fluido de eluição utiliza-se um álcool e/ou uma mistura de álcoois, preferivelmente um álcool em $C_1 - C_4$ e/ou uma mistura de álcoois em $C_1 - C_4$.

Relativamente à temperatura a utilizar no processo de acordo com a invenção, verifica-se que o processo de acordo com a presente invenção possibilita a utilização de uma temperatura qualquer nas estações individuais, sendo esta regulação

da temperatura determinada então pela respectiva mistura a separar e pelo dissolvente utilizado para a eluição. Correntemente, a temperatura na eluição varia entre 10° C e 60° C, preferivelmente entre 20° C e 35° C.

Aperfeiçoamentos vantajosos do processo de acordo com a presente invenção são descritos nas sub-reivindicações.

Um dispositivo utilizado para a realização do processo de acordo com a presente invenção é seguidamente esclarecido mais completamente em seguida em ligação com o desenho que representa uma vista esquemática.

O processo de acordo com a invenção é em seguida esclarecido pormenorizadamente com o auxílio de cinco exemplos de realização.

O dispositivo representado na figura única dos desenhos e designado globalmente com 1, possui uma primeira câmara 2, uma segunda câmara 3 assim como uma outra câmara 4, em que se prolonga uma cinta transportadora sem fim 5 desde a entrada 6 da primeira câmara 2 até à saída 7 da última câmara 4. Cada uma das câmaras 2, 3 e 4 é ligada com uma abertura de saída 8, 9 ou 10, em que as aberturas de saída 8 a 10 desembocam em correspondentes tanques, que no entanto não são representados.

A cinta transportadora sem fim 5 é na entrada 6 da primeira câmara 2 coberta com uma fase de separação 11 por meio de um dispositivo de aplicação não representado, em que o dispositivo de aplicação não representado é formado de tal maneira que a fase de separação 11 seja aplicada a cinta transportadora 5 no estado seco. Neste caso, a espessura da camada e a densidade a granel da fase de separação 11 são reguláveis.

Na primeira câmara 2, a fase de separação transportada continuamente por

meio da cinta de transporte 5 no sentido da seta 12 é pulverizada com a solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar por meio de correspondentes bocais de doseamento 13, em que os bocais de doseamento 13 se prolongam transversalmente sobre toda a largura da fase de separação 11.

Devido ao facto de a primeira câmara 2 ser colocada em vácuo através da abertura de saída 8, uma parte do fluido que é utilizado para a preparação da solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar vaporiza-se.

Depois de a fase de separação daqui para diante carregada com mistura ter sido transportada para a segunda câmara 3, a fase de separação é aí posta em contacto com um agente de diluição apropriado. Para esse efeito, a câmara 3 possui por exemplo três dispositivos de ejetor 14 que se prolongam transversalmente à direcção de transporte da fase de separação 11 e que efectuam uma eluição de um componente individual ou de uma fracção a partir da mistura. Nesse caso na abertura de saída 9 obtém-se o componente contido no agente de diluição ou a fracção da mistura contida no agente de diluição e pode armazenar-se intermedicamente no tanque não representado e processado correspondentemente.

Na outra câmara 4, que se destina a servir como câmara de secagem, coloca-se a fase de separação 11 em vácuo e aquece-se, o que tem como consequência que todos os resíduos do agente de diluição sejam eliminados.

Na saída 7, como consequência, obtém-se uma fase de separação 11 que no referido dispositivo está ainda carregada com os componentes ou as fracções em mistura que não devem ser isoladas. Portanto esta fase de separação carregada residualmente ou é regenerada ou é descartada. Se no entanto for pretendido isolar

também estes componentes da mistura, é somente necessário prever entre a segunda câmara 3 e a terceira câmara 4 um número correspondente de câmaras que são construídas como a segunda câmara 3.

Exemplo de realização 1

No dispositivo descrito antes, tratou-se uma solução a 50 % em peso da mistura A em etanol. Neste caso, previu-se como fase de separação óxido de alumínio com uma espessura da camada igual a 8 cm, em que a cinta de transporte possuía uma largura de 1 m e foi transportada com uma velocidade de 10 m/h através das câmaras 2 a 4.

Na primeira câmara 2, pulverizaram-se 700 Kg da solução a 50 % da mistura A em etanol/h sobre a fase de separação.

Na segunda câmara 3, pulverizou-se a fase de separação carregada com mistura A com 700 Kg de etanol/h.

O eluído obtido desta maneira e retirado por meio da abertura de saída 9 continha uma mistura B, sendo as composição das misturas A e B indicadas seguidamente.

Composição da mistura A (antes do tratamento)

77 - 86 % em peso de fosfatidilcolina

0 - 4 % em peso de fosfatidiletanolamina

0 - 4 % em peso de fosfatidilinositol

3 - 6 % em peso de ácido fosfatídico

1 - 5 % em peso de óleo de soja

0 - 19 % de outros componentes acessórios

Composição da mistura B (depois do tratamento)

77 - 86 % em peso de fosfatidilcolina

0 - 4 % em peso de fosfatidiletanolamina

0 - 4 % em peso de fosfatidilinositol

0 - 1 % em peso de ácido fosfatídico

1 - 5 % em peso de óleo de soja

0 - 22 % em peso de outros componentes secundários.

Como se pode concluir nitidamente das composições das misturas A e B antes referidas, a concentração de ácido fosfatídico indesejado foi drasticamente reduzida por meio do tratamento.

Depois da eluição da fase de separação, a fase de separação humidificada com etanol foi aquecida na câmara de secagem 4 sob vácuo a uma temperatura de 80°C, o que originou que o etanol fosse expelido da fase de separação sem deixar resíduos e por consequência obteve-se uma fase de separação seca que foi correspondentemente descartada.

Exemplo de realização 2

Num dispositivo descrito antes, tratou-se uma solução a 20 % em peso da

mistura C em etanol. Para o efeito, previu-se como fase de separação óxido de alumínio com uma espessura da camada igual a 8 cm em que a cinta de transporte possuía uma largura de 1 m a uma velocidade de 10 m/h através das câmaras 2 a 4.

Na primeira câmara 2, pulverizaram-se 2.250 kg da solução a 20 % em peso da mistura A em etanol/h sobre a fase de separação e aspirou-se continuamente.

Na segunda câmara 3, a fase de separação carregada com a mistura C foi lavada com 1.000 kg de etanol/h.

O eluido assim obtido e retirado por intermédio das aberturas 8 e 9 continha uma mistura D em que as composições das misturas C e D são indicadas em seguida.

Composição da mistura C (antes do tratamento)

77 - 86 % em peso de fosfatidilcolina

0 - 4 % em peso de fosfatidiletanolamina

0 - 4 % em peso de fosfatidilinositol

3 - 6 % em peso de ácido fosfatídico

1 - 5 % em peso de óleo de soja

0 - 19 % em peso de outros componentes secundários

Composição da mistura D (depois do tratamento)

90 - 96 % em peso fosfatidilcolina

0 % em peso de fosfatidiletanolamina

0 % em peso fosfatidilinositol

0 % em peso ácido fosfatilico

1 - 3 % em peso óleo de soja

0 - 7 % em peso de outros componentes secundários

Como por comparação das composições referidas antes das misturas C e D se conclui nitidamente que, pelo tratamento, os fosfolipetos secundários fosfatidiletanolamina, fosfatidilinositol e ácido fosfatídico foram eliminados.

Além disso, a concentração dos outros componentes auxiliares foi consideravelmente reduzida.

Depois da eluição da fase de separação, a fase de separação humidificada com etanol foi aquecida na câmara de secagem 4 sob vácuo a uma temperatura de 80°C, o que originou que o etanol tivesse sido retirado da fase de separação sem deixar restos e obteve-se uma fase de separação seca que foi correspondentemente descartada.

Exemplo de realização 3

Uma solução a 8% em peso da mistura E em etanol foi tratada no dispositivo descrito antes. Neste caso, como fase de separação, previu-se óxido de alumínio com uma espessura de camada de 8 cm, em que a cinta de transporte possuía uma largura de 1 m e era transportada através das câmaras 2 a 4 com uma velocidade de 10 m/h.

Na primeira câmara 2 pulverizaram-se 3.600 Kg da solução a 8% da mistura E em etanol/h sobre a fase de separação.

Na segunda câmara 3 lavou-se a face de separação carregada com a mistura E com 1000 Kg de etanol/h .

No eluído obtido neste caso e retirado através da abertura de saída 9 continha uma mistura F, sendo as composições das misturas E e F referidas seguidamente.

Composição da mistura E (antes do tratamento)

- 45 - 55% em peso de fosfatidilcolina
- 12 - 20% em peso de fosfatidiletanolamina
- 0 - 8% em peso de fosfatidilinositol
- 2 - 8% em peso de ácido fosfatídico
- 1 - 5% em peso de óleo de soja
- 0 - 5% em peso de outros componentes secundários

Composição da mistura F (depois do tratamento)

- 70 - 80 % em peso de fosfatidilcolina
- 0 - 12 % em peso de fosfatidiletanolamina
- 0 - 6 % em peso de fosfatidilinositol
- 0 - 1 % em peso de ácido fosfatídico
- 1 - 3 % de óleo de soja
- 0 - 8 % de outros componentes secundários.

Como a comparação das composições mencionadas antes das misturas E e F demonstra nitidamente, por meio do tratamento aumentou nitidamente a concentração de fosfatidilcolina.

Depois da eluição da fase de separação, a fase de separação humidificada

com etanol foi aquecida na câmara de secagem 4 sob vácuo a uma temperatura de 80° C, o que originou que o etanol tivesse sido expelido completamente da fase de separação e, portanto, se tenha obtido uma fase de separação seca que foi correspondentemente descartada.

Exemplo de realização 4

No dispositivo descrito antes, tratou-se uma solução a 50% em peso da mistura G em etanol. Neste caso previu-se como fase de separação dióxido de silício com uma espessura da camada igual a 12,5 cm, em que a cinta de transporte possuía uma largura de 1 m e foi transportada através das câmaras 2 a 4 com uma velocidade igual a 10 m/h.

Na primeira câmara 2, foram pulverizados 3.000 Kg da solução a 30% da mistura G em etanol/h sobre a fase de separação.

Na segunda câmara 3, foi tratada com a mistura G a fase de separação carregada com 2.000 Kg de etanol/h.

Na terceira câmara 4 eluiu-se a fase de separação carregada com mistura com 7.000 Kg de etanol.

O eluído assim obtido e retirado através da abertura de saída 10 continha uma mistura H, em que a composição das misturas G e H são indicadas seguidamente.

Composição da mistura G (antes do tratamento)

16 - 36% em peso de fosfatidilcolina

0 - 20% em peso de fosfatidiletanolamina

0 - 8% em peso de fosfatidilinositol

3 - 10% em peso de ácido fosfatídico

25 - 40% em peso de óleo de soja

0 - 6% em peso de outros componentes secundários

Composição da mistura H (depois do tratamento)

77 - 86% em peso de fosfatidilcolina

0 - 4% em peso de fosfatidiletanolamina

0 - 4% em peso de fosfatidilinositol

3 - 6% em peso de ácido fosfatídico

1 - 5 % em peso de óleo de soja

0 - 19% em peso de outros componentes secundários.

como da comparação das composições mencionadas antes das misturas G e H se conclui nitidamente, a concentração de fosfatidilcolina foi nitidamente aumentada pelo tratamento.

Depois da eluição da fase de separação, a fase de separação húmida com etanol foi aquecida na câmara de secagem 4 sob vácuo a uma temperatura de 80° C o que provocou que o etanol fosse expelido da fase de separação sem deixar resíduos e portanto obteve-se uma fase de separação seca que foi correspondentemente descartada. A fase de separação humidificada com etanol pode ser novamente utilizada.

Exemplo de realização 5

Uma solução a 70% de um extracto seco obtido por extracção de espinhos de teixo com metanol, foi preparada em acetato de butilo e tratada no dispositivo

descrito antes. Neste caso previu-se como fase de separação gel de sílica (Compalox) com uma espessura da camada de 10 cm sobre a cinta transportadora, em que a cinta de transporte tinha uma largura de 1 m e foi transportada através das câmaras 2 a 4 com uma velocidade de 5 m/h.

Na primeira câmara 2, foram pulverizados 100 Kg da solução a 70% descrita antes em acetato de butilo por hora sobre a fase de separação.

Na segunda câmara 3, a fase de separação carregada com a mistura foi lavada com 300 Kg de metanol/h.

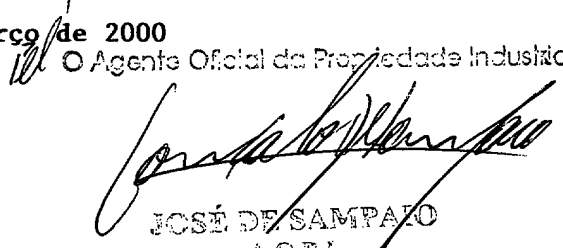
O líquido separado nestas condições e retirado através da abertura de saída 9 foi descartado.

Na terceira câmara 4, a fase de separação carregada com a mistura foi eluída a $30^{\circ} \text{C} \pm 5^{\circ} \text{C}$ com uma mistura de dissolventes (metanol : acetona : acetato de etilo; V:V:V; 70% : 15% : 15%), em que o caudal desta mistura de dissolventes montou a 500 Kg por hora.

O líquido obtido desta forma e retirado da câmara 4 através da abertura de saída 10 consistia além do dissolvente referido antes principalmente em 10-desacetilbacatina III (10-DAB), em que a 10-desacetilbacatina III possuía um grau de pureza de 97% em peso.

A solução de saída a 70% para separar e aplicada na primeira câmara no exemplo de realização 5 do extracto possuía um teor máximo de 4% em peso e de 5% em peso de 10-desacetilbacatina III (10-DAB).

Lisboa, 20 de Março de 2000

 O Agente Oficial da Propriedade Industrial

JOSÉ DE SAMPAIO
A.O.P.I.
Rua do Sulista, 133, 1.º-Drt.
1250 LISBOA

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a separação de uma mistura que possui pelo menos dois componentes, em que se aplica sobre um fase de separação sólida colocada sobre uma cinta de transporte com a mistura a separar e em seguida se elui a fase de separação carregada com a mistura com pelo menos um fluido e na qual se aplica a fase de separação por meio de uma primeira estação, se faz passar pelo menos para uma segunda estação em que a fase de separação é eluída com pelo menos um fluido, transportada por meio de uma cinta transportadora, sendo a fase de separação carregada continuamente com a mistura e eluída continuamente com o fluido, caracterizado pelo facto de a fase de separação sólida ser colocada sobre a cinta transportadora com uma espessura da camada compreendida entre 0,1 cm e 30 cm, de preferência entre 2 cm e 15 cm, na primeira estação se aplicar sobre a fase de separação colocada horizontalmente uma quantidade suficiente de solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar, a solução, dispersão e/ou emulsão da mistura a separar molhar a fase de separação vista apenas na área superior exterior da fase de separação, de modo que a mistura para separar ocupe cerca de 5% a 25% da espessura da camada da fase de separação; e como mistura a separar se utilizar um extracto de uma substância natural.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de se pulverizar a solução, emulsão e/ou dispersão da mistura a separar sobre a fase de separação.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo facto de entre a primeira estação e a segunda estação se secar a fase de separação com a mistura aplicada.

4. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de, no fim da segunda estação, se prever uma multiplicidade de outras estações, em que a fase de separação também é transportada através destas outras estações, sendo transportada preferivelmente de maneira contínua e a fase da separação é eluída na outra estação com pelo menos um outro fluido.

5. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de a fase da separação durante o seu transporte ser lavada com um gás inerte.

6. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de a fase de separação, depois do fim da eluição, ser regenerada e /ou seca.

7. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de, como fase de separação, se utilizar gel de sílica, terra de diatomáceas e/ou óxido de alumínio.

8. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores,

caracterizado pelo facto de a aplicação sobre a fase de separação da mistura a separar e/ou a eluição da fase de separação dotada com a mistura se realizar com um fluido sob depressão.

9. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de, como mistura a separar, se utilizar um extracto vegetal.

10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo facto de, como mistura a separar, se utilizar o extracto obtido por extracção de partes de plantas de teixo, preferivelmente um extracto de espinhos de teixo.

11. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo facto de o extracto a separar utilizado possuir acetato de butilo como dissolvente.

12. Processo de acordo com a reivindicação 10 ou 11, caracterizado pelo facto de o extracto utilizado e a separar conter entre 3% em peso e 20% em peso de 10-desacetilbacatina III (10-DAB).

13. Processo de acordo com uma das reivindicações 10 a 12, caracterizado pelo facto de, como fase de separação, se utilizar gel de sílica e, como fluido de eluição, se utilizar um álcool e/ou uma mistura de álcoois especialmente um álcool em C_1-C_4 e/ou uma mistura de álcoois em C_1-C_4 .

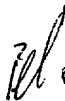
14. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo facto de, como mistura a separar, se utilizar uma lecitina bruta ou uma lecitina pura.

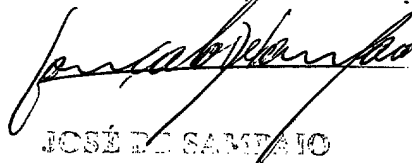
15. Processo de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo facto de a lecitina bruta ou a lecitina pura ser uma lecitina obtida a partir de sementes de soja.

16. Processo de acordo com a reivindicação 14 ou 15, caracterizado pelo facto de, como fase de separação, se utilizar óxido de alumínio e, como fluido de eluição, um álcool e/ou uma mistura de álcoois especialmente um álcool em C_1-C_4 e/ou uma mistura de álcoois em C_1-C_4 .

17. Processo de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de a separação se realizar a uma temperatura compreendida entre $10^\circ C$ e $60^\circ C$.

Lisboa, 20 de Março de 2000

 O Agente Oficial de Propriedade Industrial



JOSÉ DE SANTOIA
A.S.P.A.
Rua do S. João, 193, s/c-Drt.
1250 LISBOA

258

1 / 1

