



Assinado  
Digitalmente

**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**  
MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO EXTERIOR E SERVIÇOS  
**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

## CARTA PATENTE Nº PI 0808829-2

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

**(21) Número do Depósito:** PI 0808829-2

**(22) Data do Depósito:** 14/03/2008

**(43) Data da Publicação do Pedido:** 18/09/2008

**(51) Classificação Internacional:** B01D 41/02; B01J 20/34; C12H 1/04

**(30) Prioridade Unionista:** EP 07104260.0 de 15/03/2007

**(54) Título:** PROCESSO PARA REGENERAÇÃO DE AUXILIARES DE FILTRAÇÃO INORGÂNICOS, NATURAIS E SEMI-SINTÉTICOS

**(73) Titular:** BASF SE, Sociedade Alemã. Endereço: 67056 Ludwigshafen, ALEMANHA(DE)

**(72) Inventor:** HELMUT MEFFERT; MARIANNA PIEROBON; TOBIAS PETSCH; JULIA BRODERSEN; HERMANN JOSEF FEISE; ATEK ERK; JÖRG KRESS; RALF LACHMUTH; ROBERT BAYER; RALF MAR

**Prazo de Validade:** 10 (dez) anos contados a partir de 02/10/2018, observadas as condições legais

**Expedida em:** 02/10/2018

Assinado digitalmente por:  
**Liane Elizabeth Caldeira Lage**  
Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

“PROCESSO PARA REGENERAÇÃO DE AUXILIARES DE FILTRAÇÃO INORGÂNICOS, NATURAIS E SEMI-SINTÉTICOS”

A presente invenção refere-se a um processo para regeneração de auxiliares de filtração que compreendem auxiliares de filtração  
5 inorgânicos, naturais ou semi-sintéticos, de preferência kieselguhr, perlita, óxido de alumínio, vidro, grânulos de planta, fibras de madeira e/ou de celulose, por tratamento com lixívia aquosa e com o uso de enzimas e tensoativos.

Considera-se que os auxiliares de filtração significam  
10 aditivos que são usados em processos de separação de sólido-líquido para garantir a deposição dos sólidos com permeabilidade simultaneamente suficiente da torta do filtro resultante por formação de uma camada porosa pré-revestida no meio filtrante real e/ou por incorporação à estrutura da torta do filtro.

15 Como auxiliares de filtração, é feito uso apenas de substâncias inorgânicas tais como, por exemplo, kieselguhr, perlita ou óxidos de alumínio, porém, também polímeros sintéticos. Quais auxiliares de filtração são usados em casos individuais depende também do campo de aplicação. Os auxiliares de filtração semi-sintéticos dentro do contexto da invenção significam  
20 substâncias naturais modificadas que foram quimicamente ou fisicamente modificadas em suas propriedades, tal como celulose modificada, por exemplo.

Na filtração de cerveja, o kieselguhr é um dos auxiliares de filtração mais frequentemente usados.

25 Por razões econômicas é vantajoso quando o auxiliar de filtração é regenerável. A regeneração com um grande número de ciclos de filtração-regeneração é particularmente vantajosa.

A WO 02/32544 descreve coextrusados de poliestireno e de polivinilpirrolidona insolúvel em água e uso dos mesmos como auxiliares de

filtração que podem ser regenerados, em que, no entanto, a capacidade de regeneração é mencionada apenas em termos bastante generalizados.

5 A WO 03/084639 descreve coextrusados feitos de polímeros termoplásticos exceto para poliestireno e polivinilpirrolidona insolúvel em água e uso dos mesmos como auxiliares de filtração que podem ser regenerados, em que, no entanto, a capacidade de regeneração é mencionada apenas em termos bastante generalizados.

10 A WO 92/11085 descreve auxiliares de filtração baseados em aglomerados de polivinilpirrolidona reticulada e de polímeros termoplásticos fibrosos tais como, por exemplo, polietilenos ou poliamidas e uso dos mesmos como auxiliares de filtração. É feita referência em termos bastante generalizados ao fato de que os auxiliares de filtração podem ser regenerados.

EP 611 249 descreve um processo para regeneração de um auxiliar de filtração pela adição de enzimas e solução de hidróxido de sódio.

15 A EP 253 233 descreve a regeneração de kieselguhr somente por meio de solução de hidróxido de sódio, que, como resultado os polissacarídeos dos microorganismos (beta-glucanos) não são destruídos.

20 A DE 196 25 481 descreve a regeneração de kieselguhr na presença de uma mistura de tensoativos não iônicos e aniônicos e enzimas proteolíticas.

A DE 196 52 499 descreve a regeneração de auxiliares de filtração, em que os auxiliares de filtração são removidos dos elementos de filtração e tratados em um recipiente separado com soluções de enzima, álcalis fracos e ácidos fracos e também com um agente oxidante.

25 O WO 03/008067 descreve a regeneração de auxiliares de filtração, em que na torta de filtro intacta, primeira rinsagem com lixívia procede, e subseqüentemente, do mesmo modo, na torta de filtro intacta, neutralização do pH pela rinsagem com ácido.

O WO 96/35497 descreve a regeneração de auxiliares de

filtração feitos de polímeros sintéticos tais como auxiliares de filtração de poliamida por lavagem com lixívia e lavagem com um composto enzimático, em que o tratamento se processa in situ ou na unidade de filtração sobre a torta do filtro intacta.

5                   A EP 525 166 descreve o tratamento do auxiliar de filtração suspenso por meio de uma combinação de enzimas e pelo menos um tensoativo. A WO 99/16531 divulga um tratamento com lixívia de uma torta de perlita suspensa com subsequente neutralização sobre o auxiliar de filtração que foi reaplicado como uma camada de pré-revestimento.

10                  A EP 879 629 descreve um tratamento com lixívia de um auxiliar de filtração suspenso e, se apropriado um tratamento com enzima.

                    GTM 3/2006 (Velfahrenstechnik Filtration, páginas 44-46) descreve a regeneração de kieseiguhr por meio de NaOH e ácido nítrico por meio de enzimas (beta-glucanase, protease) ou uma combinação dos dois  
15 métodos, em que 70 % do kieselguhr podiam ser reutilizados.

                    Foi demonstrado, entretanto, que os métodos de regeneração conhecidos para os auxiliares de filtração a serem tratados de acordo com a invenção não fornecem resultados satisfatórios. Dependendo do procedimento de regeneração, é impossível o uso virtualmente completo do auxiliar de  
20 filtração em um grande número de ciclos de filtração-regeneração. Para se conseguir um grande número de ciclos, geralmente, por ciclo, devem ser adicionados aproximadamente 30 % em peso de auxiliar de filtração novo (Verfahrenstechnik Filtration, páginas 44-46).

                    As boas propriedades de filtração do auxiliar de filtração novo  
25 em relação ao aumento de pressão durante a filtração e também em relação à resistência em filtração e lavagem, no caso de materiais regenerados, não são mantidas durante um grande número de ciclos, porém pioram de ciclo a ciclo até que o uso posterior seja finalmente impossível.

                    Habitualmente, as resistências em filtração e as resistências

lavagem que, dependendo do campo técnico de aplicação e do auxiliar de  
filtração, excedem um certo valor não são consideradas aceitáveis na prática,  
pois ocorrem excessivas taxas de elevação de pressão durante a filtração da  
cerveja que tenham tempos de filtração não economicamente curtos como  
5 uma consequência.

A resistência na filtração representa o produto da viscosidade  
do fluido e a resistência ao escoamento durante a formação da torta do filtro, a  
resistência à lavagem representa o produto da viscosidade do fluido e a  
resistência ao escoamento durante o escoamento através da torta do filtro já  
10 formada. A determinação dos valores medidos correspondentes é conhecida  
daqueles peritos na técnica e está descrita na norma de procedimento VDI  
2762.

Foi um objetivo da invenção desenvolver um processo para a  
regeneração de auxiliar de filtração inorgânico, natural ou semi-sintético que  
15 permite o uso repetido do auxiliar de filtração com um valor econômico de  
circulação de material na filtração e de vida útil do filtro e também suficiente  
ação de clarificação e também provisão de um tal material regenerado.

Este objetivo é alcançado por um processo de regeneração de  
auxiliar de filtração inorgânico, natural ou semi-sintético que compreende  
20 primeiro sujeitar o auxiliar de filtração a um tratamento com lixívia aquosa,  
subsequentemente realizando um tratamento com uma solução de enzima,  
subsequentemente a isso realizando um tratamento com um tensoativo e um  
segundo tratamento com lixívia aquosa, em que as duas últimas etapas podem  
ser processar simultaneamente ou sucessivamente em qualquer sequência. De  
25 preferência, o tratamento com tensoativo se processa antes do segundo  
tratamento com lixívia aquosa.

Utilizando-se o processo de acordo com a invenção, é possível  
uma regeneração bem sucedida do auxiliar de filtração durante um grande  
número de ciclos de filtração - regeneração, em que são mantidas boas

propriedades de filtração do auxiliar de filtração em relação à elevação da pressão durante a filtração e também as resistências à filtração e à lavagem no material regenerado, sem que seja necessário ser adicionado auxiliar de filtração novo.

5 O processo de acordo com a invenção é adequado para a regeneração de auxiliares de filtração para qualquer tipo de filtros com pré-revestimento que tenham uma camada de pré-revestimento depositada sobre os elementos do filtro e/ou adição contínua do auxiliar de filtração à suspensão a ser separada.

10 O processo de regeneração de acordo com a invenção é adequado em particular para uso em filtração de cerveja. O processo de regeneração preferencialmente remove dos auxiliares de filtração impurezas que tenham sido separadas por filtração, que em particular consistem de levedura.

15 De acordo com a invenção o sistema de filtração representa a própria aparelhagem para filtração, ou seja, por exemplo, no caso de um filtro sob pressão, o recipiente resistente à pressão e o elemento de filtração ali situado em que ocorre a filtração. Os elementos de filtração podem estar presentes todos os dispositivos para a função, tais como, por exemplo, velas  
20 de filtro ou elementos de filtração de disco.

O processo de regeneração de acordo com a invenção é adequado de preferência para auxiliares de filtração individuais tais como kieselguhr, perlita, óxido de alumínio, vidro, grânulos de planta, fibras de madeira e celulose ou misturas dos mesmos.

25 O kieselguhr é uma substância pulverulenta que compreende principalmente as conchas de dióxido de silício de diatomáceas fósseis que têm uma estrutura muito porosa. Comercialmente, o kieselguhr pode ser obtido, por exemplo, pelas companhias Lehmann und Voss (por exemplo, Celite<sup>®</sup>), Dicalite ou PallSeitzSchenk.

Os auxiliares de filtração de perlita compreendem rocha vulcânica obsidiana e são produzidos por expansão térmica. Quimicamente estes são silicato de alumínio que é quase tão inerte quanto sílica. A estrutura de auxiliares de filtração de perlita corresponde a fragmentos esféricos que não têm a mesma porosidade, como é o caso do esqueleto filigrana de diatomáceas. Comercialmente, a perlita pode ser obtida, por exemplo, pelas companhias Lehmann und Voss (Harbolite®) e Dicalite.

Fibras naturais pré-condicionadas provenientes de celulose livre de extrato que são em parte especialmente preparadas para garantir grandes purezas e também neutralidade de odor e sabor podem similarmente ser usadas como auxiliares de filtração. Os auxiliares de filtração de celulose são mecanicamente e quimicamente muito estáveis, insolúveis, virtualmente em todos os meios e apresentam pH quase neutro. Comercialmente eles são distribuídos, por exemplo, por J. Rettenmaier & Söhne (por exemplo, dos tipos Arbocel®, Filtracel® and Vitacel®).

Os materiais mencionados acima são costumeiramente ajustados para espectros de tamanho de partícula definidos por processos de moagem e de seleção baseados no tamanho para uso como auxiliares de filtração. Também podem ser usadas misturas de frações de diferentes distribuições de tamanho de partícula.

O processo de acordo com a invenção é realizado de uma maneira tal que os auxiliares de filtração carregados de impurezas, em particular que se originam da levedura da cerveja, são primeiro sujeitos a um tratamento com uma lixívia aquosa. As soluções aquosas alcalinas adequadas são, especialmente, solução de hidróxido de sódio ou solução de hidróxido de potássio, particularmente de preferência solução de hidróxido de sódio. A concentração da lixívia tem costumeiramente desde 0,5 até 5 % em peso de base sólida/litro, em particular desde 1 até 5 % em peso, particularmente de preferência desde 2 até 3,5 % em peso. O tempo de tratamento está

costumeiramente entre 15 e 180 minutos, de preferência entre 45 e 120 minutos.

Um tratamento enzimático do auxiliar de filtração se processa subsequentemente ao tratamento com uma lixívia aquosa. Vantajosamente, entre a primeira etapa de tratamento de um tratamento alcalino e o enzimático, é realizada uma etapa de lavagem com água fria ou quente.

Antes de o tratamento com uma enzima, o pH é costumeiramente ajustado até  $< \text{pH } 7$ , de preferência até to pH 3,5 a 5,5. O pH pode ser ajustado usando-se vários ácidos, por exemplo, usando-se ácidos minerais tais como ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido sulfúrico ou, no caso de aparelhagens de vidro, também com ácido clorídrico. Além disso, os ácidos adequados são também ácido cítrico, ácido carbônico ou ácido láctico. Em princípio, as enzimas adequadas são todas enzimas ou misturas de enzima que podem causar a lise do material biológico separado na filtração, em particular células de levedura, tais como, por exemplo, leveduras produtoras de cerveja, de preferência elas são proteases, glucosidases, amilases ou pectinases. Tal enzima ou misturas de enzima são comercialmente disponíveis.

As enzimas adequadas são de preferência glucanases, particularmente de preferência  $\beta$ -1,3-glucanases. As enzimas são usadas costumeiramente na forma de soluções aquosas. A quantidade adequada de enzima depende da atividade da respectiva enzima e do carregamento do material não filtrado e da torta do filtro com impurezas. Além da atividade de beta-glucanase, outras atividades de enzima também podem estar presentes na solução da enzima de acordo com a invenção.

A atividade da solução de enzima pode ser determinada pelos peritos na técnica por experimentos simples através de estudos de qual a quantidade de enzima necessária para provocar a lisa de um número definido de células de levedura. Então a dosagem da enzima pode ser processada como

uma função da turbidez ou do carregamento com células de levedura e o volume de material não filtrado a ser filtrado.

O tratamento com enzima pode se processar a 25–60°C, de preferência de 40–50°C. O período de tempo é costumeiramente entre 30 e 300 min., de preferência entre 100 e 180 min.

A determinação de unidades ativas pode se processar como descrito aqui a seguir: uma unidade ativa U (unidade) é definida de acordo com a invenção como a diminuição em extinção a 800 nm por 0,04/minuto em um ensaio com enzima a um pH de 4,0 e 45° C dentro dos primeiros 10 minutos. Como substrato, pode ser feito uso neste ensaio de levedura de cerveja a  $1-3 \times 10^7$  células/ml que tinham sido tratadas anteriormente com solução de hidróxido de sódio.

Baseado no valor de EBC do material não filtrado a 25°C e em relação às unidades ativas como descrito acima, é aconselhável uma dosagem de 0,2 U/ (EBC × hL) até 12 U/ (EBC × hL), de preferência de 1 a 5 U/ (EBC × hL) (EBC: European Brewery Convention; teste padronizado para determinar valores de turbidez).

Em relação à contagem da célula de levedura na torta do filtro a ser regenerada, é aconselhável uma dosagem de 3 a 170 U/ ( $10^{10}$  células de levedura), de preferência de 5 a 85 U/ ( $10^{10}$  células de levedura), em particular de 5 a 20 U/ ( $10^{10}$  células de levedura).

Além disso, o auxiliar de filtração é tratado com uma solução aquosa de tensoativo ou com uma dispersão de tensoativo. A concentração de tensoativo baseada no peso total da solução pode ser de desde 0,01 até 4 % em peso, de preferência desde 0,01 até 1,5 % em peso, em particular de desde 0,1 até 0,75 % em peso.

Os tensoativos adequados são tanto tensoativos iônicos, em particular tensoativos aniônicos como tensoativos não iônicos. Também podem ser usadas misturas de tensoativos. Os tensoativos iônicos adequados

podem ser: sulfatos de álcool graxo tais como dodecil sulfato de sódio ou dodecil sulfato de amônio, éter sulfatos de álcool graxo, sulfoacetatos de alquila, ésteres de ácido fosfórico de álcool graxo, éter fosfatos de álcool graxo, ésteres de ácido fosfórico de álcool tais como fosfato de triisobutila, monoalquil ou dialquil ésteres de ácido sulfosuccínico tais como dioctil sulfosuccinato de sódio, alquil sulfonatos, alquilbenzenossulfonatos tal como ácido dodecilbenzenossulfônico. Os tensoativos não iônicos que entram em consideração são: etoxilatos de álcool graxo tais como, por exemplo, um álcool graxo C13 que tem 6 unidades de EO, etoxilatos de alquilfenol, ésteres de ácido polioxietileno graxo, etoxilatos de polipropileno glicol, mono- e diglicerídeos de ácido graxo e também os etoxilatos correspondentes, ésteres parciais de glicol de ácido graxo, ésteres de ácido graxo de sorbitano ou ésteres de ácido graxo de polioxietileno sorbitano.

Entre o tratamento enzimático e o tratamento com tensoativo, se desejado, de novo pode se processar uma etapa de lavagem com água fria ou quente.

A etapa do tratamento com um tensoativo pode ser seguida por uma outra etapa de lavagem com água fria ou quente.

Subsequentemente ao tratamento com tensoativo, vantajosamente uma segunda etapa de tratamento com uma lixívia aquosa se processa sob as condições descritas para a primeira etapa de tratamento com uma lixívia, em que as condições para a primeira e para a segunda etapas de tratamento podem ser diferentes entre si.

O tratamento com o tensoativo se processa vantajosamente simultaneamente à segunda etapa de tratamento com lixívia aquosa. De acordo com uma outra modalidade do processo, o tratamento com o tensoativo pode se processar em uma etapa separada a montante de tratamento. De acordo com uma outra variante do processo, é inconcebível que o segundo tratamento com uma lixívia se processa antes do tratamento

com o tensoativo.

A etapa de tratamento com o tenso e/ou a segunda etapa de tratamento com uma lixívia aquosa pode opcionalmente se processar fora do sistema de filtração em um recipiente adequado tal como, por exemplo, o dispositivo para o tratamento com enzima ou, depois do pré-revestimento renovado do auxiliar de filtração sobre um elemento de filtração, por circulação de fluxo sobre o filtro.

A primeira etapa de tratamento com lixívia aquosa pode se processar de acordo com uma variante do processo sobre a torta de filtro intacta.

De acordo com uma outra variante do processo, o primeiro tratamento com lixívia aquosa pode também ser realizado sobre uma torta de filtro que foi removida do sistema de filtração, cuja associação da partícula de torta de filtro é desintegrada e cuja torta está presente como uma pasta ou suspensão aquosa.

O processo de acordo com a invenção é realizado de acordo com uma modalidade de uma maneira tal que a etapa do tratamento enzimático não se processa in situ sobre uma torta de filtro intacta ou sobre uma camada de pré-revestimento, porém que a torta de filtro é removida do meio de filtração com destruição da associação da partícula e tratada em um dispositivo separado, em particular fora do sistema de filtração. Este dispositivo separado pode ser, por exemplo, uma chaleira ou qualquer outro recipiente adequados e é de preferência equipado com um dispositivo para agitação. Antes do tratamento enzimático, o auxiliar de filtração é então removido do elemento de filtração com dispersão da associação de partículas na torta do filtro, descarregado do sistema de filtração e tratado em um dispositivo separado. O tratamento enzimático se processa de acordo com esta modalidade sobre uma suspensão aquosa ou uma pasta do auxiliar de filtração que costumeiramente tem um teor de sólidos de 5 a 25 % em peso.

Depois do tratamento enzimático, o tratamento com um tensoativo pode similarmente se processar sobre a pasta ou a suspensão aquosa do auxiliar de filtração. Subsequentemente a isso, a segunda etapa de tratamento com lixívia aquosa pode se processar de novo sobre a suspensão aquosa ou a pasta ou alternativamente sobre uma torta de filtro re-pré-revestida.

De acordo com uma outra variante do processo, o auxiliar de filtração é pré-revestido em um filtro adequado e a torta de filtro recém formada é sujeita a outras etapas de tratamento, ao tratamento com o tensoativo e também ao segundo tratamento com lixívia.

De acordo com uma modalidade alternativa, o tratamento enzimático é realizado sobre a torta de filtro intacta por uma descarga da solução aquosa de enzima através da torta do filtro ou por misturação da solução de enzima à torta de filtro e incubação da mesma. De preferência, a torta de filtro é lavada continuamente com a solução de enzima, para garantir a sua estabilidade e evitar que ela caia do elemento de filtração.

De acordo com esta modalidade alternativa, o tratamento com o tensoativo e também a segunda etapa de tratamento com a lixívia aquosa, se desejado em cada caso depois de uma etapa de lavagem, são realizados sobre a torta de filtro intacta.

Também é possível destruir a torta de filtro depois do tratamento com enzima e realizar o tratamento com o tensoativo e/ou o segundo tratamento com lixívia em uma suspensão ou em uma pasta aquosa.

As etapas de regeneração que são realizadas sobre a torta de filtro intacta podem ser realizadas a todas as diferenças de pressão entre o lado da alimentação e o lado do filtrado do filtro que primeiro permita o fluxo através da torta de filtro e em segundo lugar não excede a resistência à pressão da carcaça do filtro. Costumeiramente esta diferença de pressão está entre 1 kPa e 800 kPa.

O tratamento enzimático e também, se apropriado, a primeira e/ou a segunda etapa de tratamento de uma lixívia e também o tratamento com o tensoativo no dispositivo separado, costumeiramente se processam à pressão atmosférica. Também é concebível que pelo menos uma das etapas seja realizada à pressão superatmosférica.

A temperatura das soluções aquosas alcalinas usada para a regeneração, como também para os tensoativos aquosos, pode ser de 5 a 95°C.

Em princípio, as etapas do processo realizadas sobre a torta de filtro intacta através da qual passa o fluxo podem, em cada caso independentemente um do outro, seja se processar em um procedimento de circulação com reutilização do líquido ou os líquidos podem ser imediatamente descartados.

De acordo com uma modalidade, no primeiro tratamento com lixívia aquosa, a solução é descartada, de preferência completamente. Também é concebível que a lixívia aquosa seja reutilizada, pelo menos em parte, de preferência purificada e usada em um procedimento de circulação. A reutilização da lixívia pode ser significativa em aspectos econômicos e de descarte de rejeitos.

De preferência, nas etapas individuais de lavagem, independentemente uma da outra a água de lavagem é descartada, de preferência completamente. Também é concebível que, em particular a água de lavagem quente seja reutilizada pelo menos em parte, de preferência purificada e usada em um procedimento de circulação. A reutilização ou o reprocessamento em particular da água de lavagem quente é significativa do ponto de vista dos aspectos de descarte de esgoto e também dos aspectos do ponto de vista da energia.

O tratamento com enzima, o tratamento com o tensoativo e também o segundo tratamento com lixívia aquosa se processam, em cada caso vantajosamente independentemente um do outro, pelo menos em parte no

procedimento de circulação, para usar o material extensivo tais como enzimas ou tensoativos primeiro tanto quanto possível e em segundo lugar para produzir esgoto tão pouco quanto possível. O procedimento de circulação destas soluções de composto ativo tem também a vantagem de que eles não  
5 devem cada um ser aquecidos até uma temperatura correspondente e, portanto não é necessário um fornecimento de energia contínuo. Também é concebível que as soluções aquosas de enzima, a lixívia e/ou o tensoativo sejam descartados diretamente, em particular no início da etapa respectiva. Isto é concebível, em particular, quando puderem ser produzidas enzimas  
10 correspondentes mais economicamente ou as enzimas têm atividade suficiente a temperaturas mais baixas.

O auxiliar de filtração completamente regenerado pode permanecer no sistema de filtração e ser usado imediatamente para filtração. O auxiliar de filtração regenerado também pode ser removido do sistema e  
15 armazenado depois da secagem.

Os peritos na técnica são capazes, dependendo do tipo de cerveja, da turbidez e da carga de levedura do material não filtrado, adicionar auxiliar de filtração novo para pré-revestimento ou dosagem, por exemplo, que tenha um tamanho de grão diferente, para reagir a propriedades variadas  
20 dos sólidos. Dependendo do dispositivo de filtração e de regeneração, perdas específicas do sistema de auxiliar de filtração, em particular como um resultado de vazamentos, penetrações durante as etapas de lavagem ou destruição mecânica do auxiliar de filtração durante as etapas de regeneração, que um auxiliar de filtração deve ser adicionado de volta para garantir um  
25 tempo de funcionamento apropriado do ciclo de filtração subsequente. Neste caso é possível adicionar auxiliar de filtração novo ou regenerado, em particular seco previamente do lado de fora.

No processo de acordo com a invenção, 0 a 20 % em peso, de preferência 0 a 10 % em peso, em particular 0 a 5 % em peso de auxiliar de

filtração pode ser trocado e/ou suplementado por ciclo. Isto pode ser necessário, não devido à purificação inadequada, porém devido a perdas de auxiliar de filtração no sistema de filtração e de regeneração. Em uma modalidade em particular, nenhum auxiliar de filtração é alimentado do lado de fora durante, no total, de pelo menos 5, de preferência de pelo menos 10, ciclos de regeneração.

Um aspecto importante de avaliação para a qualidade da regeneração é a elevação de pressão com o tempo, isto é a diferença de pressão entre os lados de alimentação e de filtração do filtro na filtração de cerveja depois da regeneração. Um excessivo aumento de pressão ou uma elevação da taxa de aumento de pressão de ciclo para ciclo indica uma regeneração incompleta do auxiliar de filtração. Uma taxa constante de aumento de pressão de ciclo para ciclo que está na região daquela do produto novo indica regeneração suficiente.

A carga de turbidez no material não filtrado costumeiramente flutua e tem um efeito considerável sobre a taxa de elevação de pressão. Este efeito pode ser eliminado até uma aproximação por normalização da diferença de pressão usando-se a turbidez respectiva do material não filtrado (medida como 25°-EBC) normalizada para um valor padronizado.

Um outro critério de avaliação importante da regeneração sucessiva é a resistência à filtração e a resistência à lavagem do material regenerado. Se estes valores forem aumentados significativamente comparados com o produto novo e se eles demonstrarem um aumento monótono de ciclo para ciclo, de modo similar deve ser suposta uma regeneração incompleta.

O material regenerado de acordo com a presente invenção é distinguido pelo fato de que, mesmo depois de regenerações repetidas, de preferência depois de regenerar 5 vezes, em particular depois de regenerar 10 vezes, ele tem uma resistência à filtração e/ou uma resistência à lavagem de 1-

$10 \times 10^{12}$  mPa s/m<sup>2</sup>, de preferência  $2-8 \times 10^{12}$  mPa s/m<sup>2</sup>, em particular  $2-7 \times 10^{12}$  mPa s/m<sup>2</sup>. Um grau de regeneração muito alto comparado com outras resistências que possam ser alcançadas por métodos convencionais da técnica anterior é conseguido desta maneira, o que corresponde aproximadamente à

5 qualidades do novo auxiliar de filtração. Um tal grau de regeneração torna possível uma reutilização frequente e assim um uso muito econômico e que poupa o ambiente e os recursos naturais do auxiliar de filtração. Considera-se que o material regenerado significa o auxiliar de filtração inorgânico, natural

10 subsequente de acordo com as condições como no Exemplo 1 em relação à contagem da célula de levedura, pré-revestimento, filtração e regeneração.

O material regenerado de acordo com a invenção também é distinguido pelo fato de que, depois de pelo menos um ciclo de filtração-regeneração, de preferência 3 ciclos de filtração-regeneração, em particular 5,

15 ele apresenta uma diferença de pressão normalizada em relação à turbidez durante uma filtração de três horas que está na faixa do novo material e está entre 0,02 e 0,6 bar/hora, de preferência entre 0,02 e 0,5 bar/ hora, em particular entre 0,02 e 0,4 bar/ hora. A pressão normalizada em relação à turbidez é calculada neste caso pela divisão da pressão medida pelo quociente

20 da turbidez real do material não filtrado e uma turbidez padrão de 30 EBC (25°-EBC).

O material regenerado assim tem aproximadamente as mesmas propriedades que o novo auxiliar de filtração antes de sua primeira regeneração. Isto em a vantagem de que são conseguidas taxas de elevação de

25 pressão durante a filtração e são possíveis longas vidas úteis de filtração.

O material regenerado de acordo com a invenção é de preferência produzido por meio do método descrito de acordo com a invenção.

Além disso, uma investigação microscópica minuciosa do

material regenerado oferece uma boa possibilidade de avaliação do sucesso da regeneração.

As reivindicações independentes e dependentes da patente são feitas neste caso por referência ao assunto em questão do relatório descritivo.

5           Outros aspectos da invenção resultam da descrição aqui a seguir de modalidades, figuras e exemplos em particular. Neste caso as características da invenção podem ser implementadas individualmente ou em combinação. Os exemplos servem para ilustração e para melhor compreensão da invenção e não devem de maneira alguma ser considerados como  
10           restritivos.

#### Descrição das figuras

A Figura 1 apresenta a diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização até 30 EBC (25°)) do Exemplo 1 que tem os números de ciclo:

■-1, □-2, ▲-3, △-4, ○-5, ●-6

15           A Figura 2 apresenta as resistências à filtração (cinzento) e as resistências à lavagem (hachuriado) como uma função do número de regenerações do auxiliar de filtração do Exemplo 1

A Figura 3 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da 1ª. filtração do Exemplo 1

20           A Figura 4 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da 1ª. regeneração do Exemplo 1

A Figura 5 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da 2ª. regeneração do Exemplo 1

25           A Figura 6 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da 3ª. regeneração do Exemplo 1

A Figura 7 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da 4ª. regeneração do Exemplo 1

A Figura 8 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar

de filtração kieselguhr depois da 5<sup>a</sup>. regeneração do Exemplo 1

A Figura 9 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da 6<sup>a</sup>. regeneração do Exemplo 1

5 A Figura 10 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração perlita depois da filtração do Exemplo 2

A Figura 11 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração perlita depois da regeneração do Exemplo 2

A Figura 12 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração celulose depois da filtração do Exemplo 2

10 A Figura 13 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração celulose depois da regeneração do Exemplo 2

A Figura 14 apresenta as resistências à lavagem do auxiliar de filtração perlita (1 novo, 2 depois da regeneração) e de celulose (3 novo, 4 depois da regeneração) do Exemplo 2

15 A Figura 15 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da filtração do Exemplo 3

A Figura 16 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr depois da regeneração do Exemplo 3

20 A Figura 17 apresenta a diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização até 30 EBC (25°)) do Exemplo 4 com os números de ciclo:

□-1, ■-2, △-3, ▲-4, ●-5, ○-6

A Figura 18 shows as resistências à filtração (cinzento) e as resistências à lavagem (hachuriado) como uma função do número de regenerações dos auxiliares de filtração do Exemplo 4

25 A Figura 19 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 1<sup>a</sup>. filtração do Exemplo 4

A Figura 20 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 1<sup>a</sup>. regeneração do Exemplo 1

A Figura 21 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 2ª. regeneração do Exemplo 4

A Figura 22 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 3ª. regeneração do Exemplo 4

5 A Figura 23 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 4ª. regeneração do Exemplo 4

A Figura 24 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 5ª. regeneração do Exemplo 4

10 A Figura 25 apresenta uma fotografia microscópica do auxiliar de filtração kieselguhr + celulose depois da 6ª. regeneração do Exemplo 4

Exemplos

Exemplo 1

Filtração com kieselguhr por filtro de vela

15 A filtração foi realizada usando cerveja turva (Pils) usando um filtro de vela (largura do espaço do filtro de vela 70  $\mu\text{m}$ , área do filtro 0,032  $\text{m}^2$ ). O auxiliar de filtração usado era kieselguhr de finezas diferentes (designação DIC, CBR3 e CBL, da Pall GmbH SeitzSchenk).

Revestimento:

20 Foi empregado o pré-revestimento de 1500  $\text{g}/\text{m}^2$  (25 % DIC, 75 % CBR3) que foi filtrado com uma taxa de fluxo volumétrico de 30 l/hora.

Filtração:

25 A cerveja foi filtrada com uma taxa de fluxo volumétrico de 15 l/hora e com adição de 100 g/hL de kieselguhr (25 % de DIC, 50 % de CBR3, 25 % de CBL) durante aproximadamente 3 horas em cada caso. O material não filtrado tinha uma contagem de célula de levedura de  $2-2,4 \times 10^6$ .

Regeneração:

Depois de terminada a filtração da cerveja, procedeu-se a um tratamento com água quente por lavagem da torta de filtro ainda intacta situada no filtro com água potável (85° C) durante um período de tempo de

15 minutos a uma circulação de material de 30 l/hora. Subsequentemente a torta de filtro foi lavada com NaOH aquoso a uma concentração de 2 % em peso (a 85° C) durante um período de tempo de 15 minutos com o líquido da lavagem sendo descartado, subsequentemente durante 45 minutos em um procedimento de circulação, em ambos os casos a uma circulação de material de 15 l/hora. Depois disso procedeu-se a uma lavagem com 30 l/hora de água potável (a 5-10° C) para remoção do volume residual da solução de NaOH no sistema e resfriamento durante 20 minutos. Subsequentemente, procedeu-se a um tratamento com enzima, em que, antes do tratamento, a torta do filtro foi removida (suspensão e diluição até uma concentração de aproximadamente 10 % em peso), transferida para um tanque agitado situado fora do filtro e o pH foi ajustado até pH 4 usando-se ácido cítrico. No tanque agitado procedeu-se a um tratamento com uma solução aquosa de uma  $\beta$ -1, 3-glucanase (Trenolin Filtro DF<sup>®</sup>, da Erbslöh) a pH 4 e 50° C durante 120 minutos. A quantidade de enzima era de 11 U/ (EBC·hL). Após completado o tratamento com enzima, pela adição de NaOH (concentração de 10 %) e dodecilsulfato de sódio (SDS, concentração de 10 %), foram estabelecidas uma concentração de NaOH de 1 % em peso e uma concentração de SDS de 0,5 % em peso na suspensão e o sistema foi tratado no tanque agitado a 85°C durante 15 minutos. Subsequentemente, o sólido foi aplicado de novo como pré-revestimento sobre a vela do filtro em um procedimento de circulação a 30 l/hora e similarmente levado a 30 l/hora primeiro durante 15 minutos com água potável (85° C) e subsequentemente durante aproximadamente 15 minutos com água potável (5-10°C). Depois deste procedimento, o material regenerado foi removido do sistema de filtração e armazenado temporariamente em um recipiente para o ciclo de filtração-regeneração a seguir.

A regeneração foi avaliada primeiro microscopicamente e em segundo lugar por determinação das resistências à filtração e à lavagem (norma de procedimento VDI 2762, a 20°C). A resistência à lavagem foi

determinada com um fluxo de 50-100 g de água (20°C) através de uma torta de filtro regenerada de espessura de aproximadamente 5-20 mm. Um outro critério de avaliação foi o período de tempo da elevação de pressão durante a filtração da cerveja a seguir. As curvas de elevação de pressão para o exemplo 1 podem ser observadas na Fig. 1. Foram realizadas 6 filtrações, cada uma com regenerações intermediárias. Os materiais regenerados são distinguidos por taxas de elevação de pressão equivalentes ou ligeiramente menores comparadas com o produto novo o que confirma uma alta qualidade do produto regenerado. As resistências à filtração e à lavagem dos materiais regenerados (Fig. 2) estão abaixo de  $1 \times 10^{13}$  mPas/m<sup>2</sup> e apenas variações relacionadas experimentalmente, porém nenhum aumento contínuo de ciclo para ciclo, o que similarmente confirma uma regeneração bem sucedida. O mesmo se aplica para a avaliação microscópica dos materiais regenerados (Figs. 3-9).

As Figs. 3-9 apresentam fotografias microscópicas de kieselguhr depois da filtração bem sucedida e regeneração subsequente de um grande número de ciclos. Depois disso nenhuma das 6 regenerações apresentadas são células de leveduras inteiras ou mesmo apenas parte das mesma apresentadas. Portanto a lise é processada completamente em cada caso e a qualidade das regenerações deve ser classificada como muito boa.

### Exemplo 2

Filtração que usa perlita ou celulose pura com emprego de um filtro de laboratório com pressão

Aqui a seguir são descritos experimentos de regeneração, em cada caso usando perlita ou celulose. Os mátrias foram investigados depois que a filtração da cerveja foi completada para a sua regenerabilidade. A perlita usada é do tipo Harbolite (de Lehmann & Voss; mistura de 50 % em peso de Harbolite 300 e 50 % em peso de Harbolite 635). A celulose usada se origina da companhia J. Rettenmaier & Söhne (Arbocel BE 600/10). Os tipos

foram selecionados de acordo com a retenção em relação aos materiais que provocam turbidez na cerveja.

A descrição aqui a seguir se aplica tanto a experimentos como perlita como com celulose. Primeiro, o auxiliar de filtração carregado com materiais que provocam turbidez na cerveja foi produzido usando-se um filtro com pressão (20 cm<sup>2</sup> de área de filtração) e um reservatório (de 10 L, agitado). Neste caso, primeiro foi aplicada uma camada de pré-revestimento do auxiliar de filtração sobre o meio de filtração (2000 g/m<sup>2</sup>). Subsequentemente, o auxiliar de filtração e a cerveja não filtrada (Pils, 8 L) foram misturados entre si no reservatório (concentração do auxiliar de filtração: 100 g/hL) e filtrados com agitação através do filtro sob pressão dotado de camada de pré-revestimento. Neste caso a diferença de pressão foi rastreada (0,1-3,5 bar) de uma maneira tal que resultasse uma vazão volumétrica do filtrado aproximadamente constante. O filtrado era quase transparente. Depois de completada a filtração, o material foi regenerado como a seguir: a torta de filtro carregada foi removida do filtro e diluída com água desmineralizada (DMW) de modo que estivesse presente uma suspensão que tem um teor de sólidos de aproximadamente 10 %. Esta suspensão foi ajustada a uma concentração final de 1 % de NaOH pela adição de NaOH aquoso de concentração de 50 % e incubada a 85°C durante 60 minutos. A suspensão foi subsequentemente filtrada (filtro sob pressão, com 20 cm<sup>2</sup> de área de filtração) e a torta de filtro resultante foi lavada 5 vezes, cada vez com 200 ml de DMW. Depois disso a torta foi removida e o sistema subsequentemente diluído com DMW, de modo que de novo estava presente uma suspensão com uma concentração de aproximadamente 10 % em peso. Depois da adição de 11 U/ (EBC·hL) de β-glucanase (Trenolin Filtro DF<sup>®</sup>, da Erbslöh), a suspensão foi incubada durante 2 horas a pH 4 e 50° C. Subsequentemente, foram ajustadas uma concentração de SDS de 0,5 % e uma concentração de NaOH de 1 % usando-se SDS a uma concentração de 10

% e NaOH aquoso a uma concentração de 50 % e o sistema foi incubado a 20-25°C durante 15 minutos. Subsequentemente, o sólido foi separado por filtração usando-se um filtro de laboratório sob pressão (ver acima) e lavado 5 vezes, cada vez com 200 ml de DMW (20-25°C) (lavagem por escoamento através do filtro). O material não regenerado e o material regenerado foram avaliados microscopicamente.

Para a regeneração de perlita (Figs. 10 e 11), as fotografias microscópicas demonstram que as células de leveduras e outras partículas de sujeira tinham sido removidas com sucesso.

10 Para a regeneração da celulose (Figs. 12 e 13), as fotografias microscópicas demonstram similarmente que as células de leveduras e outras partículas de sujeira tinham sido removidas com sucesso.

Subsequentemente, a resistência à filtração e a resistência à lavagem dos respectivos materiais regenerados foram medidas de acordo com a norma de procedimento VDI 2762 e comparadas com aqueles do auxiliar de filtração não carregado (Fig. 14). Os resultados demonstram que as respectivas resistências à lavagem das amostras de partida e dos materiais regenerados são idênticas dentro dos limites da precisão da medida.

Portanto, baseado nas propriedades de filtração, pode-se supor uma regeneração bem sucedida tanto de perlita como da celulose.

### Exemplo 3

Filtração com kieselguhr por meio de um filtro de laboratório com pressão

O Exemplo 3 foi realizado de uma maneira similar ao Exemplo 2 usando-se kieselguhr sob a especificação apresentada no Exemplo 1. Enzima: Celluford AL 140<sup>®</sup>, da Bioprakt GmbH, Berlin. A quantidade de enzima era de 11 U/ (EBC·hL). Depois de completada a regeneração, as resistências à filtração de kieselguhr não carregado foram comparadas com aquelas de kieselguhr regenerado:

Resistência à filtração novo: 9,48 E12 mPas/m<sup>2</sup>

Resistência à filtração regenerado:  $8,62 \text{ E}12 \text{ mPas/m}^2$

Juntamente com a análise microscópica, isto demonstra o sucesso da regeneração (Figs. 15 e 16.)

#### Exemplo 4

5 Filtração que usa uma mistura de kieselguhr-celulose por meio de um filtro de vela

O procedimento experimental foi realizado de uma maneira similar ao Exemplo 1.

10 O pré-revestimento ( $1500 \text{ g/m}^2$ ) e alimentação do corpo ( $100 \text{ g/hL}$ ) ambos usam uma mistura de 20,0 % em peso de celulose (Arbocel BE600/10, da J. Rettenmaier & Söhne) e 80,0 % em peso de kieselguhr. A proporção de kieselguhr é neste caso de 25 % do tipo DIC, 62,5 % do tipo CBR3 e 12,5 % do tipo CBL (Exemplo 1).

15 As curvas de elevação de pressão do Exemplo 4 são apresentadas na Fig. 17. Foram realizadas 6 filtrações com regenerações intermediárias. A quantidade de produto novo citada em cada caso (proporção de misturação como o início) era de aproximadamente 20 %. As taxas de aumento de pressão normalizadas em relação à turbidez dos materiais regenerados são elevadas em comparação com o produto novo, porém aceitável a uma altura máxima de 0,2  
20 bar/hora. Além disso, não estava presente aumento contínuo na taxa de pressão de ciclo para ciclo: a elevação de pressão normalizada em relação à turbidez na 5ª e na 6ª filtração era menor do que na 4ª filtração. As resistências à filtração e à lavagem dos materiais regenerados (Fig. 18) eram de  $1 \times 10^{13} \text{ mPas/m}^2$ . Com um aumento de ciclo para ciclo, o aumento é, no entanto, digressivo e nem linear nem  
25 exponencial como é o caso em um método de regeneração insuficiente. Uma regeneração bem sucedida também é confirmada pela investigação microscópica dos materiais regenerados (Figs. 19-25).

As Figs. 19-25 apresentam fotografias microscópicas de kieselguhr/celulose depois de 1 a 6 ciclos da filtração e regeneração subsequentes.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para regeneração de auxiliares de filtração inorgânicos, naturais e semi-sintéticos, caracterizado pelo fato de que compreende:

- 5 a) sujeitar o auxiliar de filtração a um primeiro tratamento com  
lixívia aquosa,  
b) realizar um tratamento com enzimas,  
c) realizar um tratamento com um tensoativo e  
d) realizar um segundo tratamento com lixívia aquosa,  
10 em que as etapas c/d são realizadas simultaneamente.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o auxiliar de filtração é pelo menos um selecionado do grupo que consiste de kieselguhr, perlita, óxido de alumínio, vidro, grânulos de planta, fibras de madeira e celulose.

- 15 3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a lixívia aquosa é solução de hidróxido de sódio.

4. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que as enzimas são enzimas que provocam a lise de  
20 célula de levedura.

5. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que as enzimas são glucanases.

6. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o tensoativo é um tensoativo aniônico ou não  
25 iônico.

7. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o tensoativo é o dodecil sulfato de sódio.

8. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o tensoativo é um etoxilato de álcool graxo.

9. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o primeiro tratamento com lixívia aquosa se processa sobre uma torta de filtro.

5 10. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o primeiro tratamento com lixívia aquosa se processa sobre uma suspensão aquosa ou pasta do auxiliar de filtração.

11. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o tratamento com enzima se processa sobre uma pasta ou suspensão aquosa do auxiliar de filtração.

10 12. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o tratamento com o tensoativo se processa sobre uma suspensão aquosa ou pasta do auxiliar de filtração.

15 13. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o tratamento com o tensoativo se processa sobre uma torta de filtro.

14. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o segundo tratamento com lixívia aquosa se processa sobre uma suspensão aquosa ou pasta do auxiliar de filtração.

20 15. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o segundo tratamento com lixívia aquosa se processa sobre uma torta de filtro.

16. Processo de acordo com uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que entre as etapas individuais, independentemente uma da outra, é realizada uma etapa de lavagem, de preferência com água.

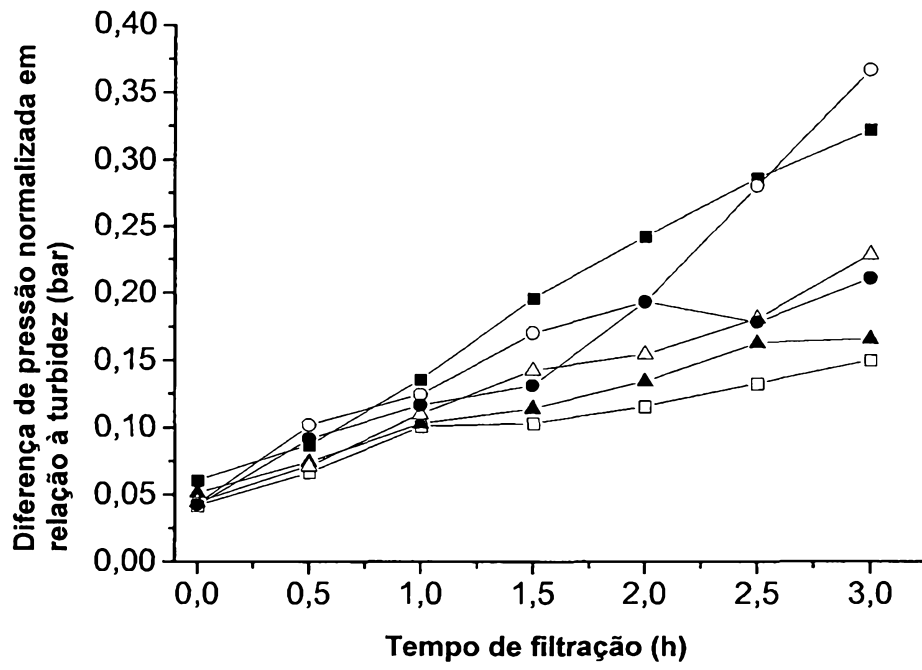
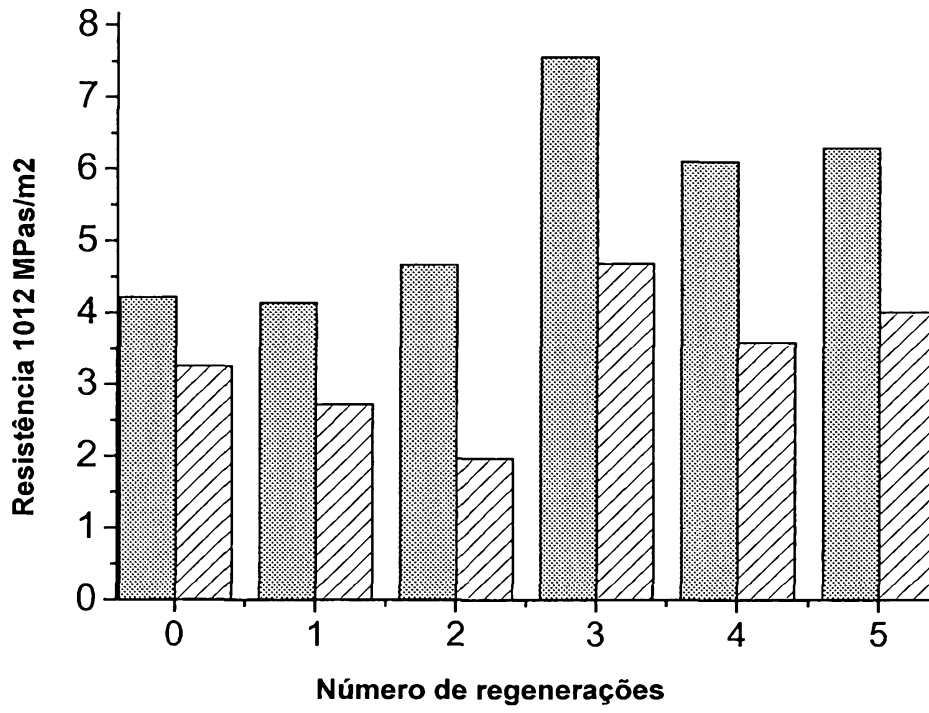
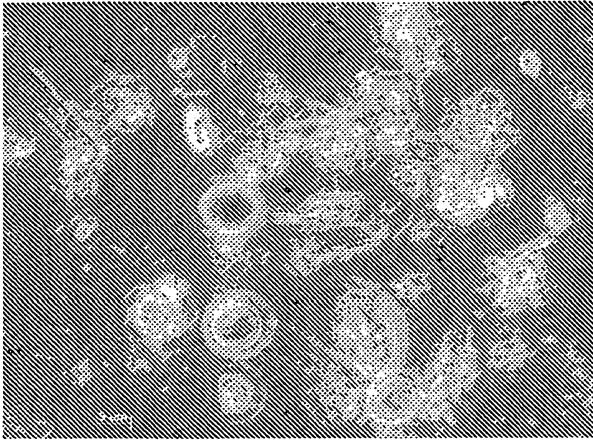


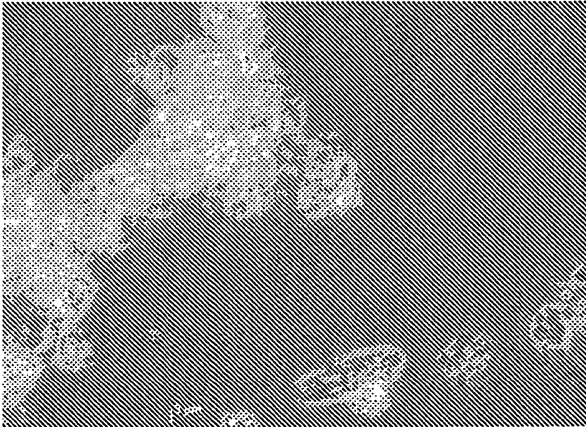
FIGURA 1



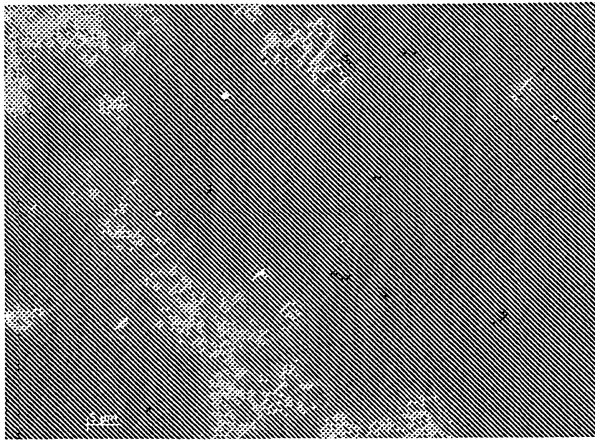
**FIGURA 2**



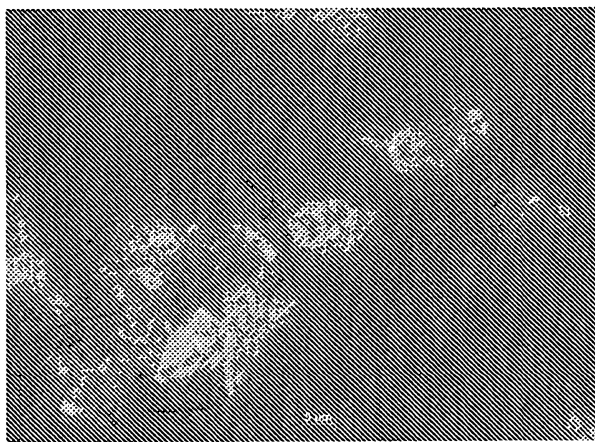
**FIGURA 3**



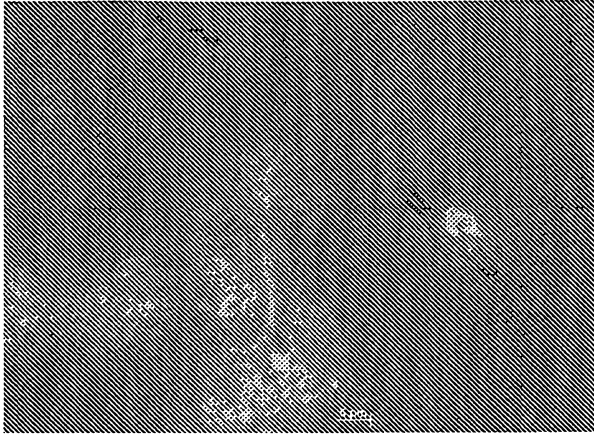
**FIGURA 4**



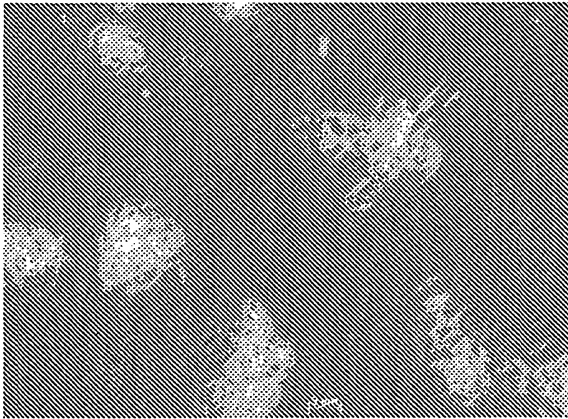
**FIGURA 5**



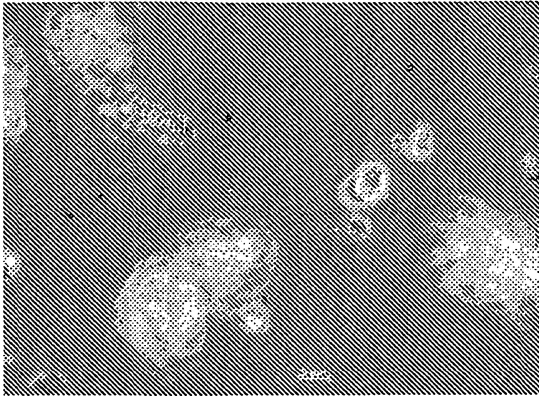
**FIGURA 6**



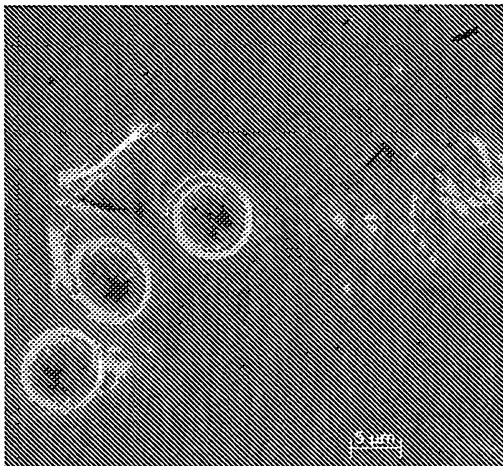
**FIGURA 7**



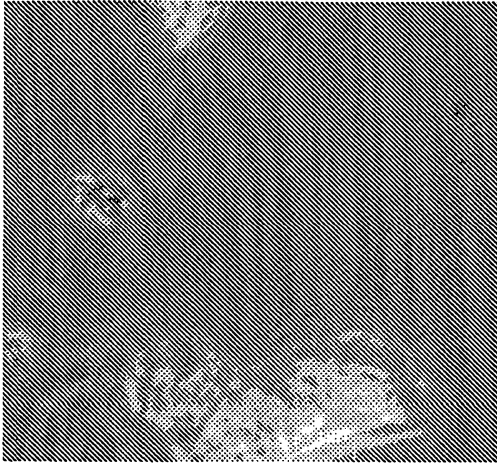
**FIGURA 8**



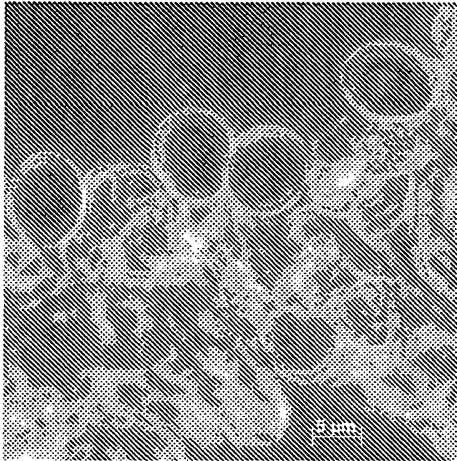
**FIGURA 9**



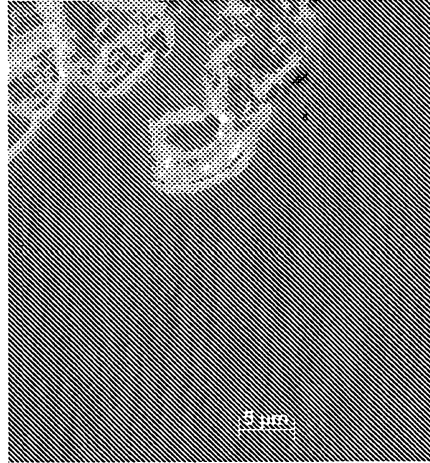
**FIGURA 10**



**FIGURA 11**



**FIGURA 12**



**FIGURA 13**

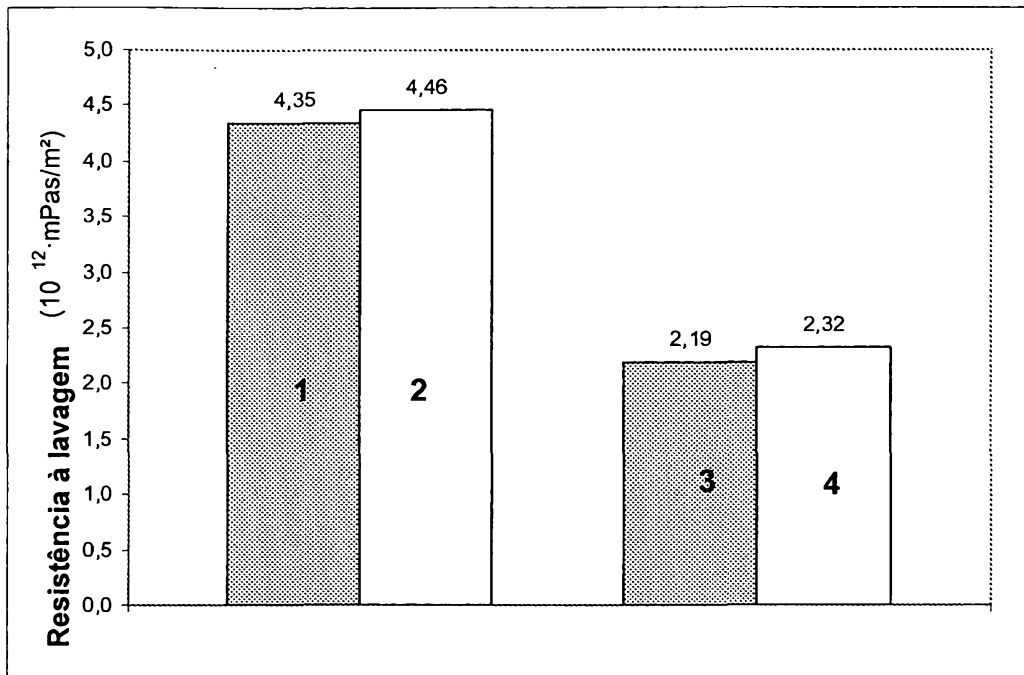
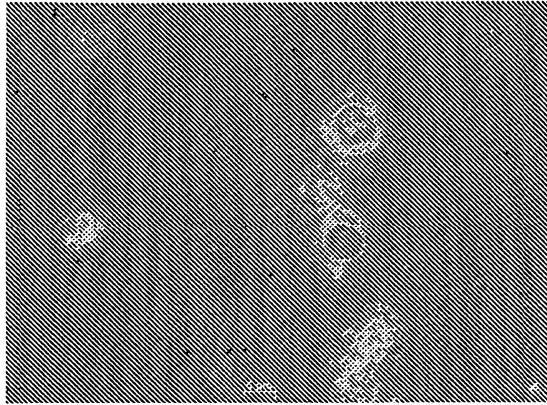
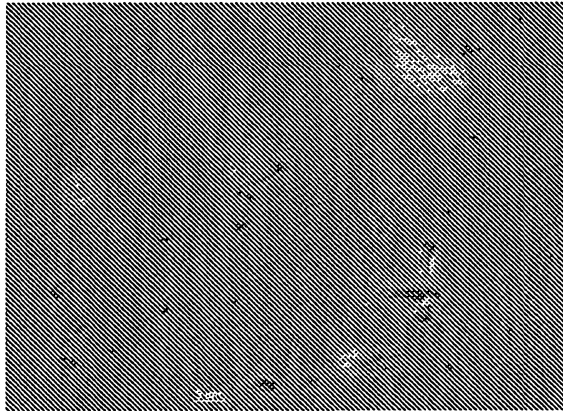


FIGURA 14



**FIGURA 15**



**FIGURA 16**

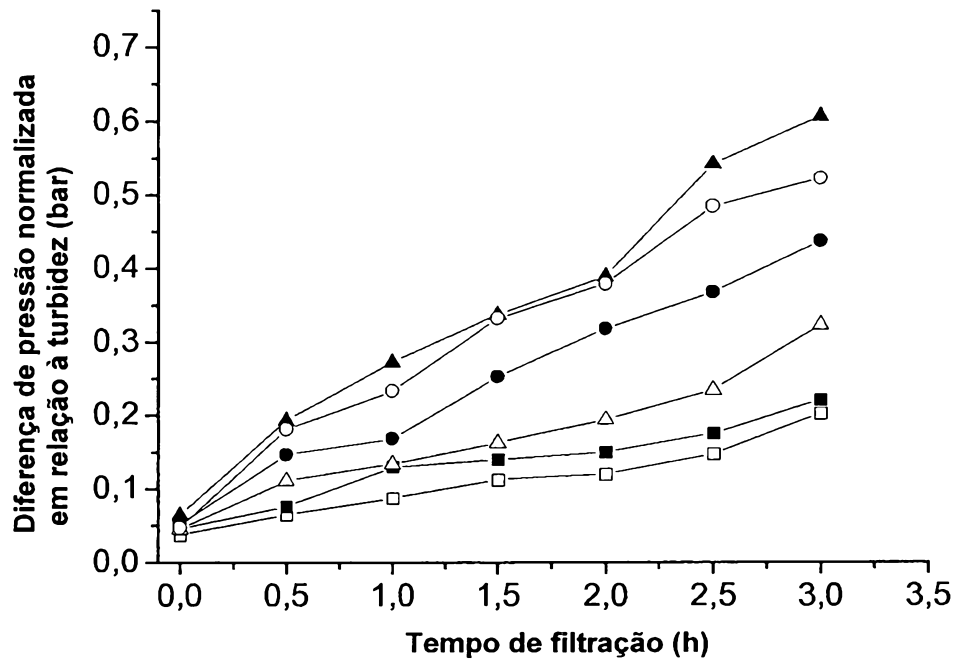
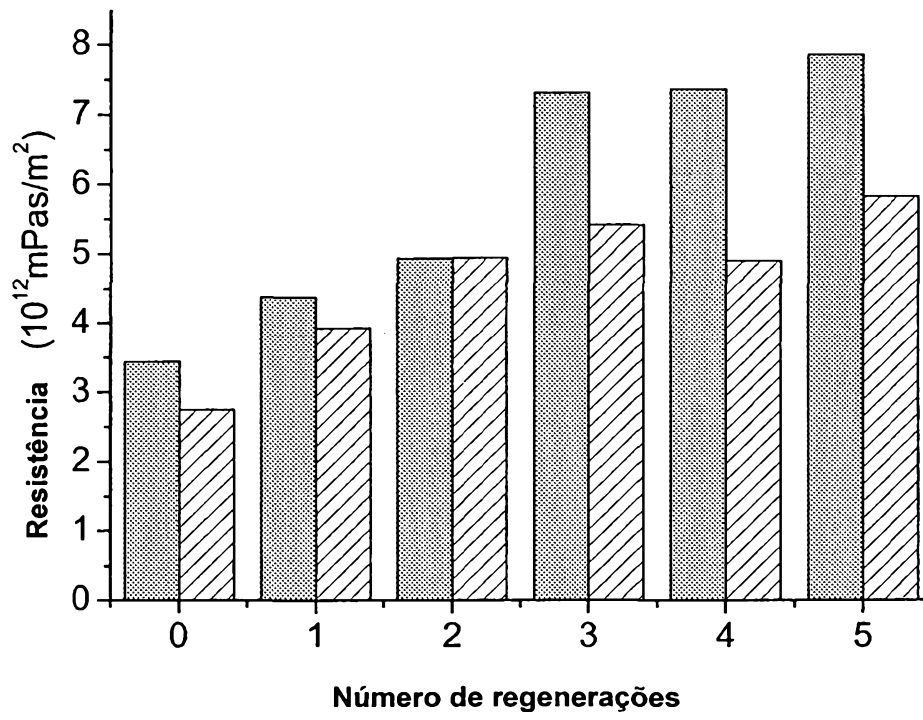
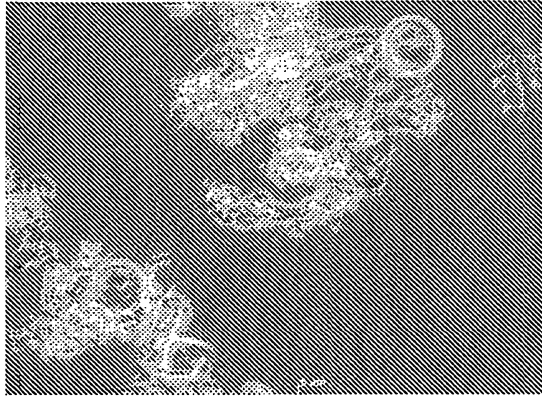
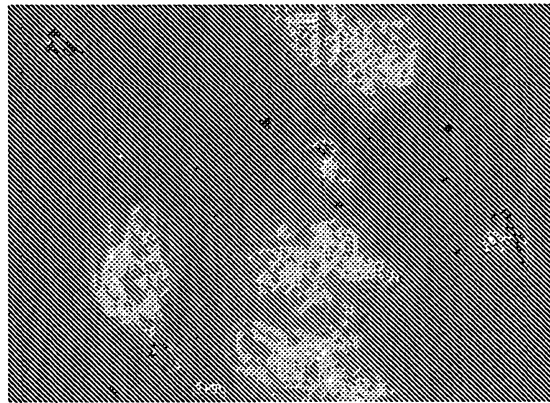


FIGURA 17

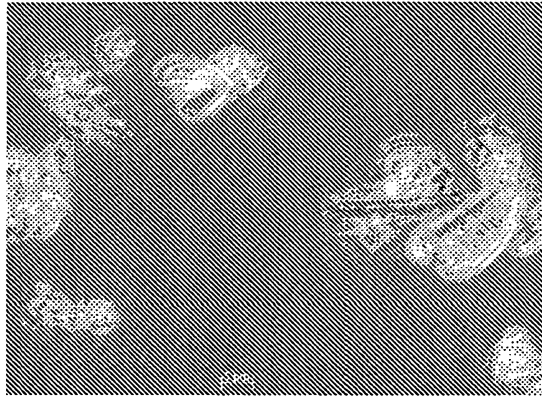
**FIGURA 18**



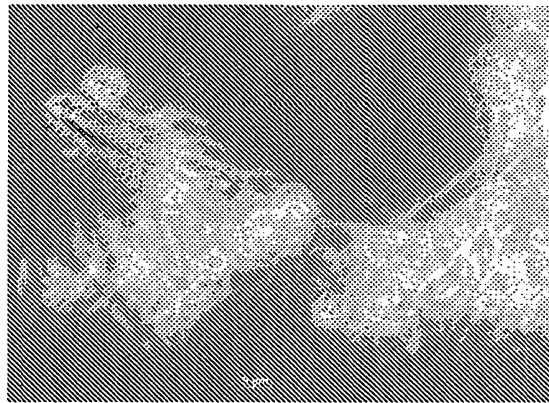
**FIGURA 19**



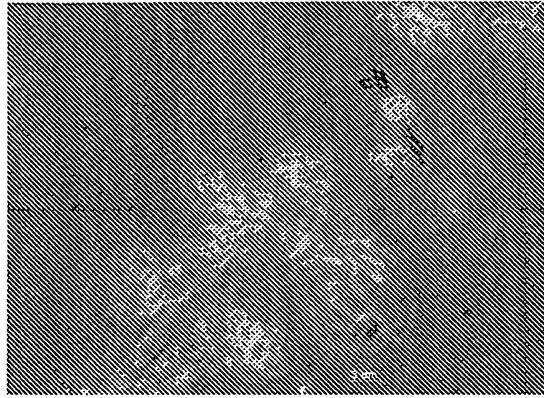
**FIGURA 20**



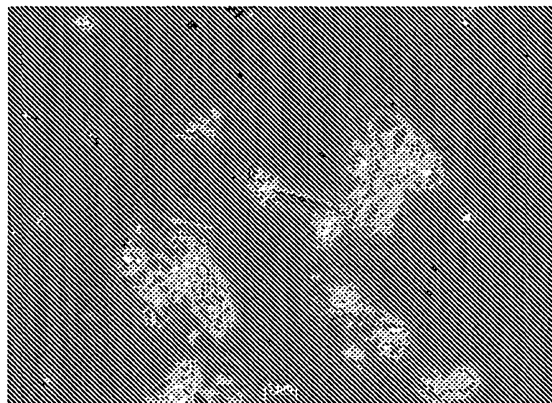
**FIGURA 21**



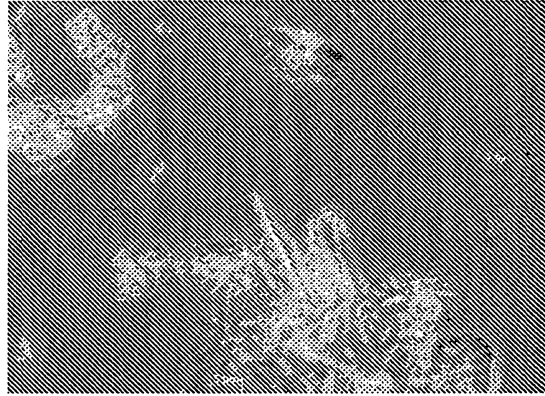
**FIGURA 22**



**FIGURA 23**



**FIGURA 24**



**FIGURA 25**