



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0717112-9 B1

(22) Data do Depósito: 27/09/2007

(45) Data de Concessão: 18/04/2017



(54) Título: PROCESSO PARA A REGENERAÇÃO DE UM AUXILIAR DE FILTRAÇÃO

(51) Int.Cl.: B01J 20/34; B01J 20/26; B01D 37/02; B01D 39/04; B01D 41/02; C12H 1/056

(30) Prioridade Unionista: 25/05/2007 EP 07108932.0, 29/09/2006 EP 06121563.8

(73) Titular(es): BASF SE

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

“PROCESSO PARA A REGENERAÇÃO DE UM AUXILIAR DE FILTRAÇÃO.”

[1] A presente invenção refere-se a um processo para regeneração de um auxiliar para filtração que é um co-extrusado de polivinilpirrolidona insolúvel em água e um polímero termoplástico por tratamento com lixívia aquosa e com o uso de enzimas. A invenção também se refere a materiais regenerados que são obtidos com o auxílio do processo de acordo com a invenção e também ao uso dos mesmos na filtração de cerveja.

[2] Considera-se que os auxiliares de filtração signifiquem aditivos que são usados em processos de separação de sólido-líquido para, por formação de uma camada porosa de pré-revestimento sobre o meio filtrante real e/ou por incorporação à estrutura da torta do filtro, garantir a separação dos sólidos com simultaneamente permeabilidade suficiente da torta do filtro resultante.

[3] Como auxiliares de filtração, é feito uso tanto de substâncias orgânicas tais como, kieselguhr ou óxidos de alumínio, ou então polímeros sintéticos. A escolha de quais auxiliares de filtração individuais são usados depende do campo de aplicação. Na filtração de cerveja, o kieselguhr é um dos auxiliares de filtração usados principalmente.

[4] Por razões econômicas é vantajoso quando o auxiliar de filtração pode ser regenerado. A regeneração que abrange um grande número de ciclos é particularmente vantajosa.

[5] 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, porém a capacidade de regeneração é apenas mencionada de modo generalizado.

[6] A WO 03/084639 descreve coextrusados de polímero termoplásticos, além de poliestireno e polivinilpirrolidona insolúvel em água e uso dos mesmos como auxiliares de filtração que podem ser regenerados,

porém a capacidade de regeneração é apenas mencionada de modo generalizado.

[7] A WO 92/11085 descreve auxiliares de filtração baseado em aglomerados de polivinilpirrolidona reticulada e polímeros termoplásticos fibrosos tais como, por exemplo, polietilenos ou poliamidas e uso dos mesmos como auxiliares de filtração. É observado em termos gerais que os auxiliares de filtração podem ser regenerados.

[8] A EP-A 611249 descreve um processo para a regeneração de um auxiliar de filtração pela adição de enzimas. Somente o tratamento de kieselguhr é descrito especificamente.

[9] A EP-A 253 233 descreve a regeneração de kieselguhr por meio de uma solução de hidróxido de sódio.

[10] A DE 19625481 descreve a regeneração de kieselguhr na presença de uma mistura de tensoativos não iônicos.

[11] A DE 196 52 499 descreve a regeneração de auxiliares de filtração de kieselguhr, os auxiliares de filtração sendo primeiro tratados com soluções de enzima e depois disso primeiro com álcalis fracos, então com ácidos fracos e finalmente com um agente oxidante.

[12] A WO 03/008067 descreve a regeneração de auxiliares de filtração, primeiro lavando com solução de hidróxido sobre a torta de filtro intacta e subsequentemente, também sobre a torta de filtro intacta, uma neutralização do pH por realização de uma lavagem com ácido. A WO 96/35497 divulga a regeneração de auxiliares de filtração constituídos de polímeros sintéticos por lavagem com solução de hidróxido de sódio e lavagem com um composto enzimático, o tratamento sendo realizado in situ na unidade de filtração sobre a torta de filtro intacta. O que é descrito é especialmente a regeneração de um auxiliar de filtração de poliamida.

[13] No entanto, foi descoberto que os processos conhecidos anteriormente para que os auxiliares de filtração sejam tratados de acordo

com a invenção não fornecem resultados satisfatórios. Usando-se estes processos, não é possível a regeneração satisfatória do coextrusado durante um grande número de ciclos e as boas propriedades de filtração do auxiliar de filtração no em relação à elevação de pressão durante a filtração e também as resistências do filtro e de lavagem no material regenerado não são mantidas.

[14] Costumeiramente, as resistências do filtro e as resistências de lavagem que excedem um certo valor, dependendo do campo técnico de aplicação e do auxiliar de filtração, não são consideradas aceitáveis na prática, pois de outro modo elas provocam um aumento excessivamente alto das taxas de pressão durante a filtração de cerveja, o que resulta em tempos de filtração curtos que não são econômicos. No caso de filtração de cerveja, por exemplo, as resistências do filtro e as resistências de lavagem para que o auxiliar de filtração fosse tratado de acordo com a invenção não deviam exceder tanto quanto possível um valor de 10×10^{12} mPas/m².

[15] A resistência do filtro é o produto da viscosidade do fluido e da resistência ao escoamento durante a formação da torta do filtro e a resistência de lavagem é o produto da viscosidade do fluido e da resistência ao escoamento no escoamento através da torta do filtro que já está formada. A determinação dos valores correspondentes medidos é conhecida pelos peritos na técnica e é descrita extensivamente em VDI Guideline 2762.

[16] Foi um objetivo da invenção descobrir um processo para a regeneração do auxiliar de filtração mencionado acima, cujo processo permite o uso repetido do auxiliar de filtração a valores econômicos de filtrado durante toda a vida do filtro e também suficiente ação de clarificação e também a provisão de um material regenerado correspondente. Além disso, havia o problema de descobrir um processo em que não ocorresse a ruptura dos componentes poliméricos.

[17] Consequentemente, foi descoberto um processo para regeneração de um auxiliar de filtração que é um coextrusado de uma

polivinilpirrolidona insolúvel em água e de um polímero termoplástico por tratamento com lixívia aquosa e enzimas, que compreende primeiro sujeitar o auxiliar de filtração a um tratamento com lixívia aquosa e subsequentemente realizar um tratamento com uma solução de enzima, subsequentemente a isto a realização de um outro tratamento com lixívia aquosa e, se apropriado, um tratamento com um tensoativo.

[18] O processo é de preferência realizado de uma maneira tal que o tratamento com enzima não seja realizado in situ sobre a torta de filtro intacta, porém que a torta de filtro é removida enquanto se destrói o compósito de partícula e é tratada fora da unidade de filtração.

[19] De acordo com a invenção, o recipiente resistente à pressão e o elemento filtrante ali situado em que ocorre a filtração são denominados a unidade de filtração. Como os elementos filtrantes, podem estar presentes todos os dispositivos conhecidos para isso, tais como, velas de filtro ou discos para filtração.

[20] O processo de regeneração de acordo com a invenção é adequado como descrito para auxiliares de filtração que são obtidos como coextrusados de polivinilpirrolidona insolúvel em água e um polímero termoplástico.

[21] Misturas de polímeros quimicamente diferentes que são obtidos pelo processamento associado dos componentes individuais na extrusora são denominadas coextrusados, com os coextrusados não sendo capazes de serem fracionados nos componentes individuais por métodos físicos. No caso da presente invenção, os coextrusados de preferência compreendem um componente poliestireno termoplástico e uma polivinilpirrolidona reticulada não termoplástica insolúvel em água. Na co-extrusão, o componente polivinilpirrolidona está disperso no termoplástico fundido. Além do poliestireno, os termoplásticos adequados são, por exemplo, polietileno, polipropileno ou poliamidas.

[22] Como o componente poliestireno, todos os tipos de poliestireno correntes entram em consideração, tais como o poliestireno padrão, o poliestireno modificado por impacto (tipos SB) tais como copolímeros de estireno e butadieno ou o poliestireno modificado por impacto (tipos HIPS), por exemplo poliestireno modificado por borracha de polibutadieno ou por borracha de estireno-butadieno. Tais poliestirenos são comercialmente disponíveis, por exemplo como PS 158 k, PS 486 M ou Styrolux® (BASF) ou Empera 153F (Nova innovene) ou Edistir® N2987, Edistir® N1782 (Polimeri Europa). Além disso, pode ser usado poliestireno polimerizado anionicamente.

[23] De acordo com a invenção, os coextrusados, além do componente poliestireno, como segundo componente polímero compreendem polímeros de polivinilpirrolidona reticulados insolúveis em água que não formam gel por absorção de água e também são denominados na literatura polímeros pipoca (“popcorn”) (cf. J.W. Breitenbach, *Chimia*, Vol. 21, pp. 449-488, 1976). Em farmacopéias tal como USP ou Ph.Eur., tais polímeros são denominados crosprovidonas. Tais polímeros têm uma estrutura porosa e são ricos em cavidades. Os polímeros também, como citado, não formam gel por absorção de água. O volume de inchaço de tais polímeros em água a 20° C está habitualmente na faixa de desde 2 até 10 l/kg, de preferência de 4 a 8 l/kg.

[24] Tais crosprovidonas são comercialmente disponíveis, por exemplo, como os tipos Divergan® da BASF ou como os tipos Polyplasdone®, da ISP.

[25] Os coextrusados podem compreender de 95 até 20 % em peso, de preferência 75 a 60 % em peso, de poliestireno e 5 a 80 % em peso, de preferência 25 a 40 % em peso, de crosprovidona, baseado no peso total do coextrusado.

[26] A produção dos coextrusados a serem tratados de acordo com

a invenção é por si conhecida e é descrita, por exemplo na WO 02/32544 ou na WO 03/084639.

[27] Os coextrusados, para uso como auxiliares de filtração, são costumeiramente ajustados por processos de moagem até tamanhos médios da partícula de 20 a 100 μm . Também podem ser usadas misturas de coextrusados moídos que tenham distribuição do tamanho da partícula diferente.

[28] Como polivinilpirrolidona insolúvel em água, em particular entra em consideração um homopolímero de N-vinilpirrolidona reticulado, que também é denominado crosprovidona. Tais produtos são comercialmente disponíveis.

[29] Os polímeros termoplásticos adequados são, por exemplo, tipos poliestireno, poliamidas, poliolefinas tal como polietileno ou polipropileno. De preferência, como polímeros termoplásticos, é feito uso de poliestireno.

[30] O processo de acordo com a invenção é realizado de uma maneira tal que o auxiliar de filtração carregado com impurezas é primeiro sujeito a um tratamento com uma lixívia aquosa. As lixívias aquosas adequados são, especialmente solução de hidróxido de sódio ou solução de hidróxido de potássio, particularmente de preferência solução de hidróxido de sódio. A concentração é costumeiramente de 0,5 até 5 % em peso de base sólida /litro, em particular de 1 a 5 % em peso, particularmente de preferência de 2 a 3,5 % em peso. O tempo de tratamento depende da quantidade do auxiliar de filtração a ser tratado. O tempo de tratamento é costumeiramente de 15 a 180 minutos, de preferência de 45 a 120 minutos.

[31] O tratamento com uma lixívia aquosa é seguido por um tratamento enzimático do auxiliar de filtração. Pode também ser aconselhável, entre a primeira etapa de tratamento com uma lixívia e o tratamento enzimático, realizar uma etapa de lavagem usando água fria ou quente ou um

ácido adequado. Os ácidos adequados são ácidos minerais tais como, por exemplo, ácido clorídrico, ácido nítrico ou ácido fosfórico ou então ácidos orgânicos tais como ácido cítrico, ácido láctico e ácido carbônico. De acordo com uma modalidade preferida da invenção, é obrigatória uma etapa de lavagem.

[32] Antes do tratamento com uma enzima, o pH é costumeiramente ajustado até valores $< \text{pH } 7$, de preferência até pH 3,5 a 5.5.

[33] O pH pode ser ajustado, 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, o ácido cítrico ou o ácido láctico é adequado.

[34] As enzimas adequadas são em princípio as proteases, as glucosidases, as amilases ou as pectinases e todas as outras enzimas que sejam capazes de lisar células de leveduras ou então misturas de enzimas. Tais enzimas ou misturas de enzimas são comercialmente disponíveis.

[35] As enzimas adequadas são de preferência glucanases, particularmente de preferência β -1, 3-glucanases. Além de uma atividade da B-glucanase, também podem estar presentes outras atividades de enzima na solução de enzima usada de acordo com a invenção.

[36] Costumeiramente é feito uso das enzimas na forma de soluções aquosas.

[37] A quantidade adequada de enzima depende da atividade da respectiva enzima e do carregamento da suspensão não filtrada e da torta de filtro com impurezas.

[38] A atividade pode ser determinada pelos peritos na técnica por alguns experimentos simples pelo estudo de qual a quantidade de enzima é necessária para lisar um número definido de células de levedura. Então, a dosagem pode se processar como uma função da nebulosidade ou do carregamento com células de levedura e do volume da suspensão não filtrada

a ser filtrada.

[39] O tratamento com enzima pode ser realizado a 25-80° C, de preferência a 35-60° C, mais preferivelmente ainda de 40 - 50° C. O tempo depende da quantidade de auxiliar de filtração e do carregamento com células de levedura. O tempo é costumeiramente de desde 30 até 300 minutos, de preferência de 100 a 180 minutos.

[40] As unidades ativas podem ser determinadas como descrito a seguir:

[41] Uma unidade ativa U 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 pH 4,0 e 45° C dentro dos primeiros 10 minutos. Como o substrato neste ensaio, pode ser feito uso de levedura de cerveja que tem 1-3 x 10⁷ células / ml que foi tratada previamente com solução de hidróxido de sódio.

[42] Baseado no valor de EBC da suspensão não filtrada a 25° C e também o volume filtrado e com consideração das unidades ativas descritas acima, uma dosagem recomendada é de 0,2 U/ (EBC x hL) até 12 U/ (EBC x hL), de preferência de 1 a 5 U/ (EBC x hL).

[43] (EBC: European Brewery Convention; teste padrão para determinação dos valores de turbidez.)

[44] Em relação à contagem da célula de levedura na torta de filtro a ser regenerada, é aconselhável uma Dosagem de 3 a 170 U/10¹⁰ células de levedura, de preferência de 5 a 85 U/10¹⁰ células de levedura, em particular de 5 a 20 U/10¹⁰ células de levedura.

[45] Subsequentemente ao tratamento enzimático, processa-se uma segunda etapa de tratamento com um lixívia aquosa sob as condições descritas para a primeira etapa de tratamento com um álcali. Entre o tratamento enzimático e o tratamento com lixívia, se desejado, pode-se processar de novo uma etapa de lavagem com água fria ou quente.

[46] Se desejado, o auxiliar de filtração também pode ser 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 0,01 até 4 % em peso, de preferência de 0,01 até 1,5 % em peso, mais preferivelmente ainda de 0,1 até 0,75 % em peso. Os tensoativos adequados são tensoativos tanto aniônicos como não iônicos . Também podem ser usadas misturas de tensoativos.

[47] Os tensoativos iônicos adequados podem ser os seguintes: sulfatos de álcool graxo tal como dodecil sulfato de sódio ou dodecil sulfato de amônio, éter sulfatos de álcool graxo, alquil sulfoacetatos, ésteres de álcool graxo de ácido fosfórico, éter fosfatos de álcool graxo, álcool ésteres de ácido fosfórico tal como fosfato de triisobutila, monoalquil ou di alquil ésteres de ácido sulfossuccínico tal como dioctil sulfossuccinato de sódio, alquil sulfonatos, alquilbenzenossulfonatos tal como ácido dodecilbenzenossulfônico.

[48] Os tensoativos não iônicos que entram em consideração são:

[49] Etoxilatos de álcool graxo tais como, por exemplo, um C₁₃-álcool graxo que tem 6 unidades EO, alquilfenoletoxilatos, polioxietileno ésteres de ácidos graxos, polipropileno glicol etoxilatos, mono- e diglicerídeos de ácido graxo e também os etoxilatos correspondentes, ésteres de glicol parciais de ácidos graxos, ésteres de ácidos graxos de sorbitan ou ésteres de ácidos graxos de polioxietilenossorbitan.

[50] O tratamento com o tensoativo pode ser realizado simultaneamente com a segunda etapa de tratamento com lixívia aquosa ou em uma etapa de tratamento a jusante. O tratamento com o tensoativo também pode ser realizado antes da segunda etapa de tratamento com lixívia aquosa.

[51] O tratamento com o tensoativo aquoso é uma variante preferida do processo.

[52] Esta etapa de tratamento pode ser seguida por uma outra etapa

de lavagem com água fria ou quente.

[53] O processo de acordo com a invenção é realizado, de acordo com uma modalidade, de uma maneira tal que a etapa de tratamento enzimático não é realizada sob uma torta de filtro intacta ou sobre uma camada de pré-revestimento, porém em um dispositivo separado. Este dispositivo separado pode ser, por exemplo, uma caldeira ou outro recipiente adequado e é, de preferência adaptado com um dispositivo para agitação. No entanto o tratamento também pode ser realizado no filtro, se apropriado.

[54] A primeira etapa do tratamento com lixívia aquosa, de acordo com uma variante do processo, pode ser processada sobre a torta de filtro intacta. Antes do tratamento enzimático, o auxiliar de filtração é então removido do elemento filtrante com dispersão da partícula compósita na torta de filtro, removido da unidade de filtração e tratado em um dispositivo separado. O tratamento enzimático é realizado sobre uma suspensão aquosa ou pasta do auxiliar de filtração que costumeiramente tem um teor de sólidos de 5 a 25 % em peso.

[55] De acordo com uma outra variante do processo, o primeiro tratamento com lixívia aquosa pode ser realizado sobre uma torta de filtro removida da unidade de filtração cuja partícula compósita foi desintegrada e que é uma pasta aquosa ou suspensão.

[56] Depois do tratamento enzimático, a segunda etapa do tratamento com lixívia aquosa pode ser realizada de modo similar, se apropriado, na presença de tensoativos, na pasta aquosa ou na suspensão do auxiliar de filtração. De acordo com uma variante do processo, o auxiliar de filtração, no entanto, é aplicado como pré-camada de revestimento em um filtro adequado e a torta de filtro recém-formada é sujeita às outras etapas de tratamento.

[57] As etapas de regeneração que são realizadas por escoamento através da 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, por um lado, permite o escoamento através da torta do filtro e, por outro lado, não excede a resistência da pressão da carcaça do filtro. Esta diferença de pressão está costumeiramente entre 1 kPa e 800 kPa.

[58] O tratamento enzimático e também, se apropriado, a primeira e/ou a segunda etapa do tratamento com um álcali e também o tratamento do tensoativo no dispositivo separado, são costumeiramente realizados à pressão atmosférica. Também é concebível que pelo menos uma das etapas seja realizada em uma pressão em excesso.

[59] A temperatura dos álcalis aquosos usada para a regeneração pode ser de 5 a 95° C, de preferência de 45 a 95° C exatamente como os tensoativos aquosos.

[60] O auxiliar de filtração completamente regenerado pode permanecer na unidade de filtração e pode ser usado imediatamente para filtração. O auxiliar de filtração regenerado, no entanto, pode ser removido alternativamente da unidade, seco e armazenado.

[61] Por meio do processo de acordo com a invenção, é possível a regeneração bem sucedida do coextrusado por um grande número de ciclos, as propriedades de boa filtração do auxiliar de filtração novo em relação à elevação de pressão durante a filtração e também as resistências à filtração e à lavagem no regenerado sendo bastante mantidas.

[62] Os peritos na técnica, dependendo do tipo de cerveja e da carga de levedura, podem adicionar auxiliar de filtração novo à pré-camada de revestimento ou adição medida contínua.

[63] O processo de acordo com a invenção é adequado para a regeneração de auxiliares de filtração para qualquer tipo de filtros de pré-camada de revestimento que tenham uma pré-camada de revestimento depositada sobre elementos do filtro.

[64] O processo de regeneração de acordo com a invenção é

adequado, em particular, para uso em filtração de cerveja.

[65] O principal aspecto da avaliação da regeneração é a elevação de pressão com o tempo (diferença de pressão entre o lado da alimentação e o lado do filtrado do filtro) na filtração de cerveja depois da regeneração. Uma elevação de pressão excessiva ou um aumento na elevação de pressão de experimento para experimento indica a regeneração incompleta do auxiliar de filtração. Uma taxa de elevação de pressão aproximadamente constante de experimento para experimento, que está na faixa daquela do produto novo, indica regeneração completa. A carga de turbidez na suspensão não filtrada costumeiramente flutua e tem um efeito considerável sobre a taxa de elevação de pressão. Este efeito pode ser eliminado virtualmente pela normalização da diferença de pressão usando a respectiva turbidez não filtrada (similarmente normalizada em relação a um valor padronizado) (25° -EBC). A pressão normalizada em relação à turbidez pode ser calculada neste caso dividindo a medida de pressão pelo quociente da turbidez real não filtrada e uma turbidez padronizada de 30 EBC (25° -EBC).

[66] Um outro critério para avaliar a regeneração bem sucedida é a resistência da filtração ou a resistência da lavagem do material regenerado. Se estes valores forem aumentados significativamente comparados com o produto novo e demonstram um aumento de ciclo para ciclo, deve-se supor que ocorreu uma regeneração incompleta.

Exemplos

[67] Nos exemplos aqui a seguir, como auxiliar de filtração, foi feito uso de um coextrusado de 70 % em peso de poliestireno PS 158K e 30 % em peso de crospovidona, baseado na quantidade total de coextrusado. Esta era uma mistura de duas frações de moagem que têm diâmetros médios da partícula $D [0,5] 54 \mu\text{m}$ (45 % em peso) e $D [0,5] 28 \mu\text{m}$ (55 % em peso).

[68] Para o tratamento com enzima, foi usada uma solução aquosa de uma 1, 3- β -glucanase (Trenolin Filtro DF, Erbslöh).

[69] A filtração de cerveja foi realizada, usando-se cerveja turva, como filtração com pré-camada de revestimento por meio de um filtro com vela piloto (largura do espaço 70 μm , área do filtro 0,032 m^2 , circulação de material 15 l/hora).

[70] As resistências do filtro foram determinadas como especificado em VDI Guideline 2762.

Exemplo 1 (Exemplo comparativo): Série de experimentos que usa 4 ciclos de filtração-regeneração; exemplo de uma regeneração incompleta

Condições de regeneração

[71] Primeiro foi removido o volume residual de cerveja na unidade usando água potável gelada.

[72] A regeneração foi realizado deixando escoar durante 15 minutos com água quente (85 °C), seguido por escoamento durante 15 minutos com concentração de 3 % em peso de NaOH aquoso (85° C) e escoamento renovado com água quente (15 minutos, 85° C). Todo o escoamento foi realizado na torta de filtro ainda intacta.

[73] Curvas de elevação de pressão: (ver figura 1)

[74] Fig. 1:Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4

[75] Pode ser observado que o gradiente das curvas de pressão aumento de ciclo para ciclo e diferenças de pressão significativamente mais altas são medidas do que no caso do produto novo.

[76] Resistências de filtro do material regenerado: (ver figura 2)

[77] Fig. 2: Resistências do filtro como uma função do número de regenerações

[78] A resistência do filtro do material regenerado aumenta depois de cada regeneração, o que indica o acúmulo de biomassa no material regenerado.

Exemplo 2: Series de experimento que usa 10 ciclos de filtração-regeneração, exemplo de uma regeneração bem sucedida

Condições de regeneração

[79] Depois do final da filtração da cerveja, o volume de cerveja residual na unidade foi purgado com água potável gelada. Subsequentemente, foi realizado fluxo de água quente lavando a torta de filtro que ainda estava intacta e situada no filtro com água potável (85° C) durante um período de 15 minutos, a uma circulação de material de 30 l/hora. Subsequentemente, a torta de filtro foi lavada com NaOH aquoso com uma concentração de 2 % em peso (a 85° C) durante um período de 10 minutos com o líquido de lavagem sendo descartado, subsequentemente 50 minutos, similarmente com NaOH aquoso em um procedimento de recirculação, em ambos os casos a uma circulação de material de 15 litros /hora. Depois disso, foi realizada lavagem com água fria para remover o volume residual de solução de NaOH na unidade e resfriamento por lavagem com água potável gelada (5-10° C) durante 15 minutos a 30 /h. Subsequentemente a isso, foi realizado um tratamento com enzima, com a torta de filtro sendo removida antes do tratamento e transferida para um tanque agitado situado fora da unidade de filtração. Ali foi realizado um tratamento com uma solução aquosa de uma β -1, 3-glucanase a pH 5 e 47° C durante 120 minutos. A quantidade da enzima era de 10,9 U/EBC x hL.

[80] Depois que foi terminado o tratamento com enzima, o auxiliar de filtração foi aplicado de novo para pré-revestir a vela do filtra por meio de um dispositivo de medição a uma circulação de material de 30 l/h. Depois disso a torta de filtro resultante foi lavada com uma solução aquosa que compreende NaOH e dodecil sulfato de Na (SDS) (1 % de concentração em peso de NaOH, 2 % de concentração em peso de SDS) a uma temperatura da solução de lavagem de 85° C, durante 15 minutos com o líquido de lavagem sendo descartado, 10 minutos no procedimento de recirculação a uma circulação de material de 15 l/hora. Isto foi seguido por lavagem com água

quente da torta do filtro com água potável a 85° C durante 15 minutos a uma circulação de material de 30 l/hora e depois disso uma lavagem com água potável gelada (5-10° C) durante 15 minutos a 30 l/h.

[81] As curvas de elevação de pressão podem ser observadas na figura 3.

[82] Fig. 3: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, △-5, □-6, ◇-7, +-8, ○-9, ●-10

[83] As curvas de elevação de pressão individual ficam em uma faixa ao redor do início da filtração usado no produto novo e não apresentam elevação sistemática do gradiente.

[84] Resistências de filtração e de lavagem do material regenerado:

[85] Embora as resistências de filtração e de lavagem (ver figura 4) apresentem variações experimento específicas, elas não apresentam uma elevação contínua.

[86] Fig. 4: Resistências de filtração (cinza) e resistências de lavagem (hachurado) como uma função do número de regenerações

Exemplo 3: Series de experimento que usa 11 ciclos de filtração-regeneração, segundo exemplo de uma regeneração bem sucedida

Condições de regeneração

[87] A regeneração foi realizada de uma maneira similar ao exemplo 2, porém a concentração da enzima foi , dependendo do ciclo 1,1 – 2,5 U/EBC x hL.

[88] As curvas de elevação de pressão podem ser observadas na figura 5.

[89] Fig. 5: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, △-5, □-6, ◇-7, +-8, ○-9, ●-10,--11

[90] De novo pode ser observado que não há elevação sistemática

em relação ao gradiente das curvas de elevação de pressão. A difusão dos dados experimentais é primeiro provocada pela turbidez diferente da suspensão não filtrada (a normalização atenua isso somente em parte) e em segundo lugar pelas quantidades diferentes de enzima usadas.

[91] Resistências de filtração e de lavagem do material regenerado

[92] As resistências de filtração e de lavagem (ver a figura 6) apresentam alguns aumentos comparado com o produto novo, porém sem elevação contínua como no exemplo 1.

[93] Fig. 6: Resistências de filtração (cinza) e resistências de lavagem (hachurado) como uma função do número de regenerações

Exemplo 4:

[94] O procedimento experimental foi realizado substancialmente similarmente ao exemplo 2, porém com as seguintes diferenças:

[95] No início da regeneração, foi realizada lavagem usando solução aquosa de hidróxido de sódio para um tempo de 60 minutos, então 15 minutos com o líquido de lavagem sendo descartado, 45 minutos em um procedimento de recirculação.

[96] A quantidade de enzima usada foi de 1,4 U/ (EBC x hL).

[97] O tratamento (duração: 25 minutos) com uma solução aquosa que compreende 1 % em peso de NaOH e 0,5 % em peso de dodecil sulfato de Na, foi realizado diretamente depois do tratamento com enzima fora da unidade de filtração em um tanque agitado. Depois deste tratamento o material foi aplicado ao filtro como uma pré-camada de revestimento e água quente (a 85° C) escoou através da torta do filtro durante 15 minutos e subsequentemente água gelada (5-10° C) durante 15 minutos a uma circulação de material de 30 l/h.

[98] O curso da pressão da filtração é apresentado na figura 7, as resistências de filtração e de lavagem são apresentadas na figura 8.

[99] Fig. 7: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez

como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C));
números de ciclo: ◆-1, ■-2, ×-3, ▲-4, △-5, ○-6, ◇-7, +-8

[100] Fig. 8: Resistências de filtração (cinza) e resistências de lavagem (hachurado) como uma função do número de regenerações

[101] Não há aumento monotônico nas resistências de filtração e de lavagem como uma função do número de ciclos, o que significa que a regeneração foi bem sucedida.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a regeneração de um auxiliar de filtração que é um co-extrusado de uma polivinilpirrolidona insolúvel em água e um termoplástico por tratamento com lixívia aquosa e enzimas, caracterizado pelo fato de que compreende primeiro sujeitar o auxiliar de filtração a um primeiro tratamento com lixívia aquosa, subsequentemente realizando um tratamento com enzimas e subsequentemente a isso realizando um segundo tratamento com lixívia aquosa e tratando o auxiliar de filtração com um tensoativo.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, como lixívia aquosa, é feito uso de uma solução de hidróxido de sódio.

3. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, caracterizado pelo fato de que, como enzimas, é feito uso de enzimas que lisam célula de levedura.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que, como enzimas, é feito uso de glucanases.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que, como tensoativos, é feito uso de tensoativos aniônicos ou não iônicos.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que, como tensoativo, é feito uso de dodecil sulfato de sódio.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que, como tensoativos, é feito uso de etoxilatos de álcool graxo.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o co-extrusado compreende poliestireno como termoplástico.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1

a 8, caracterizado pelo fato de que o tratamento com enzima se processa em uma pasta ou em uma suspensão aquosa do auxiliar de filtração.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o primeiro tratamento com lixívia aquosa é realizado sobre uma torta de filtro.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o primeiro tratamento com lixívia aquosa é realizado em uma suspensão aquosa ou em uma pasta do auxiliar de filtração.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o segundo tratamento com lixívia aquosa é realizado em uma suspensão aquosa ou em uma pasta do auxiliar de filtração.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o segundo tratamento com lixívia aquosa é realizado sobre uma torta de filtro.

14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o tratamento com um tensoativo é realizado ao mesmo tempo que a segunda etapa de tratamento com lixívia aquosa.

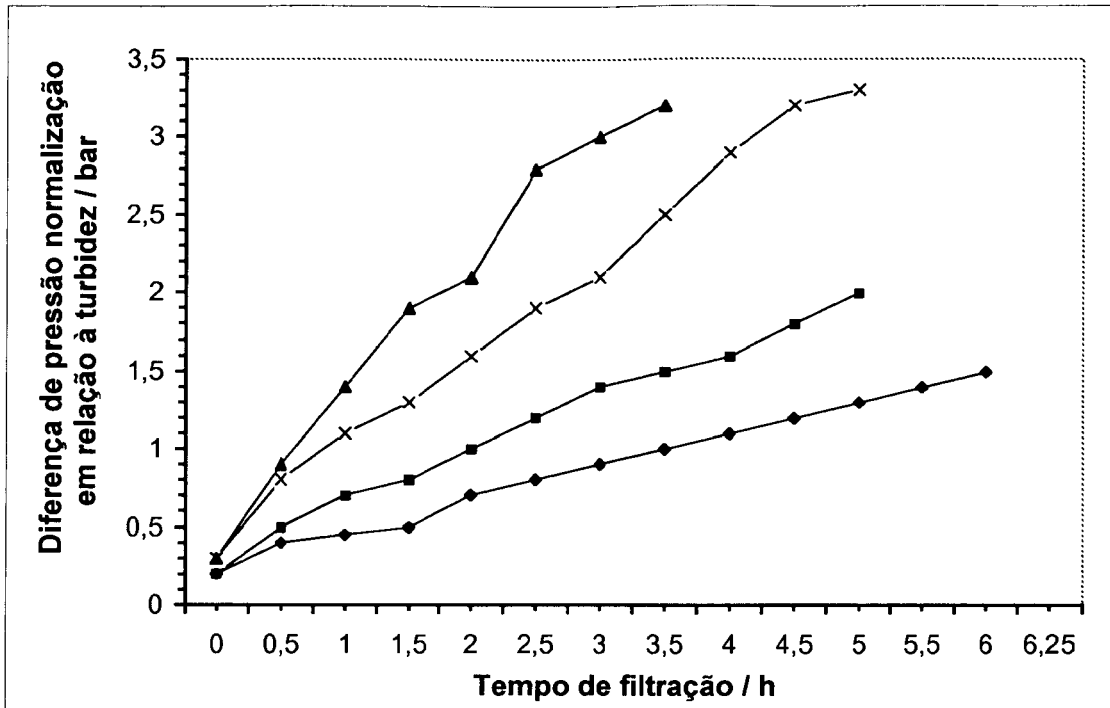


Fig. 1: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: ♦-1, ■-2, x-3, ▲-4

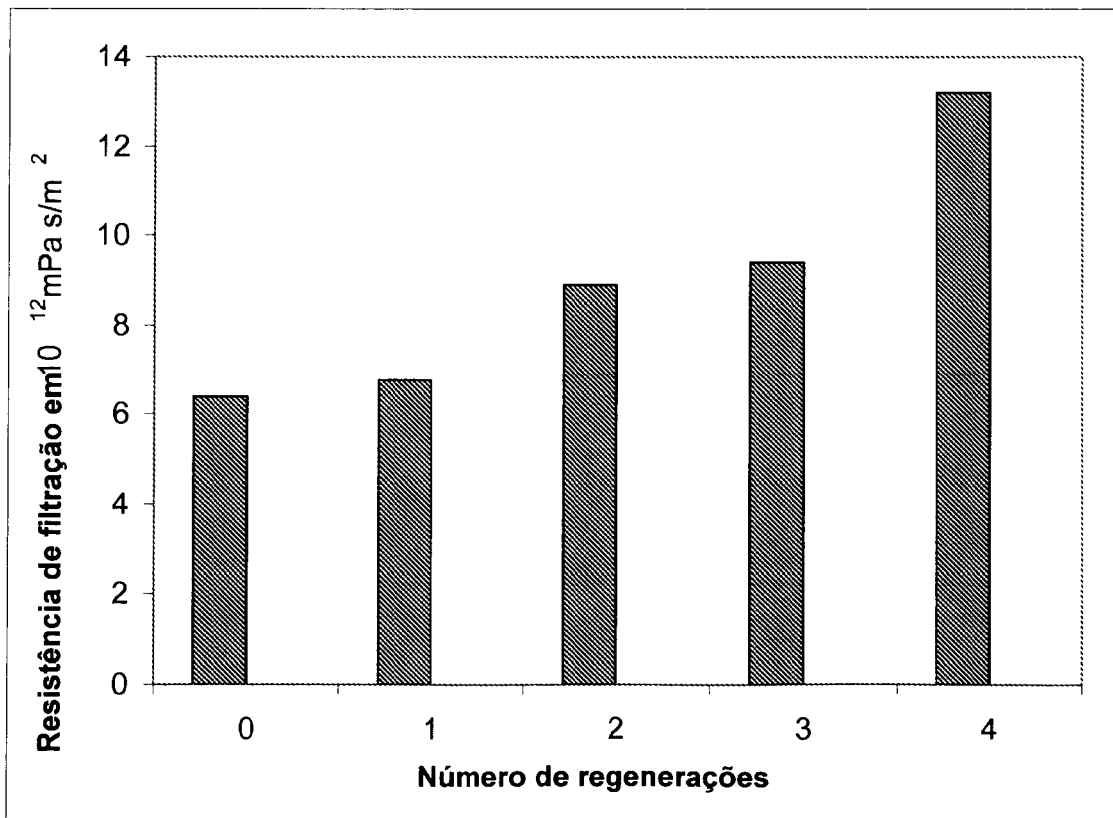


Fig. 2: Resistências de filtração como uma função do número de regenerações

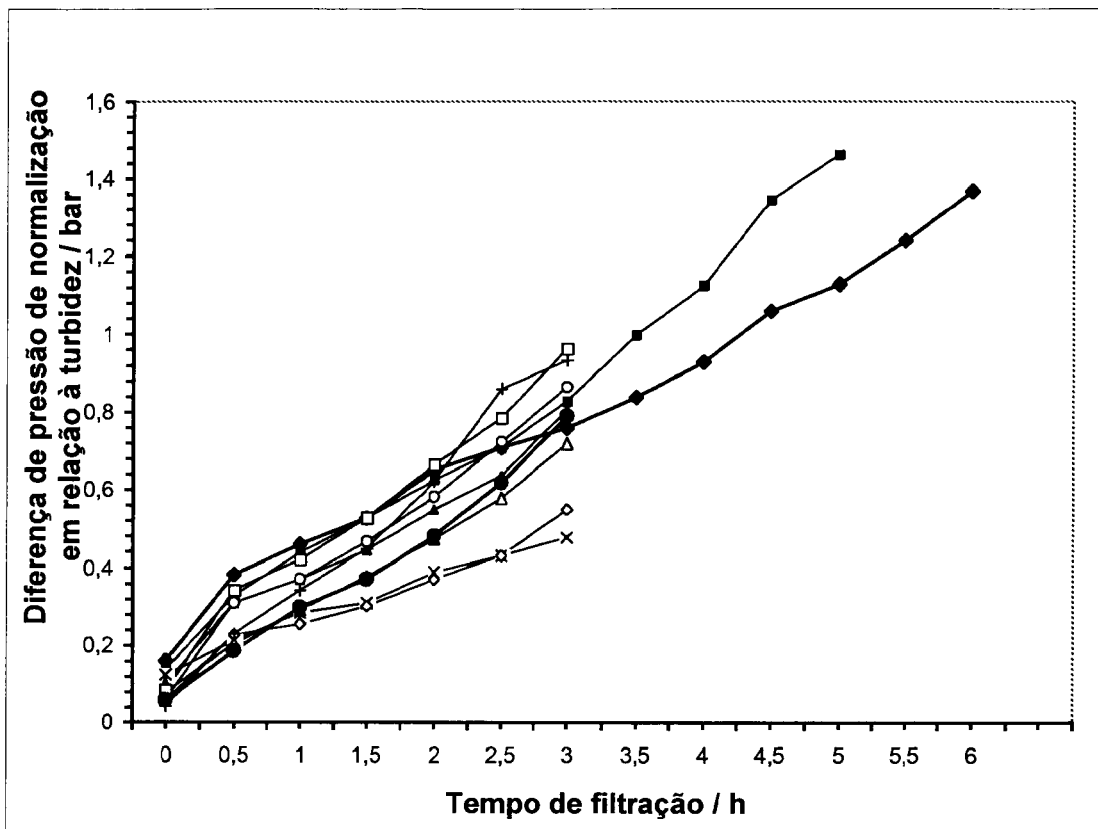


Fig. 3: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, r-5, □-6, ◇-7, +-8, ○-9, ●-10

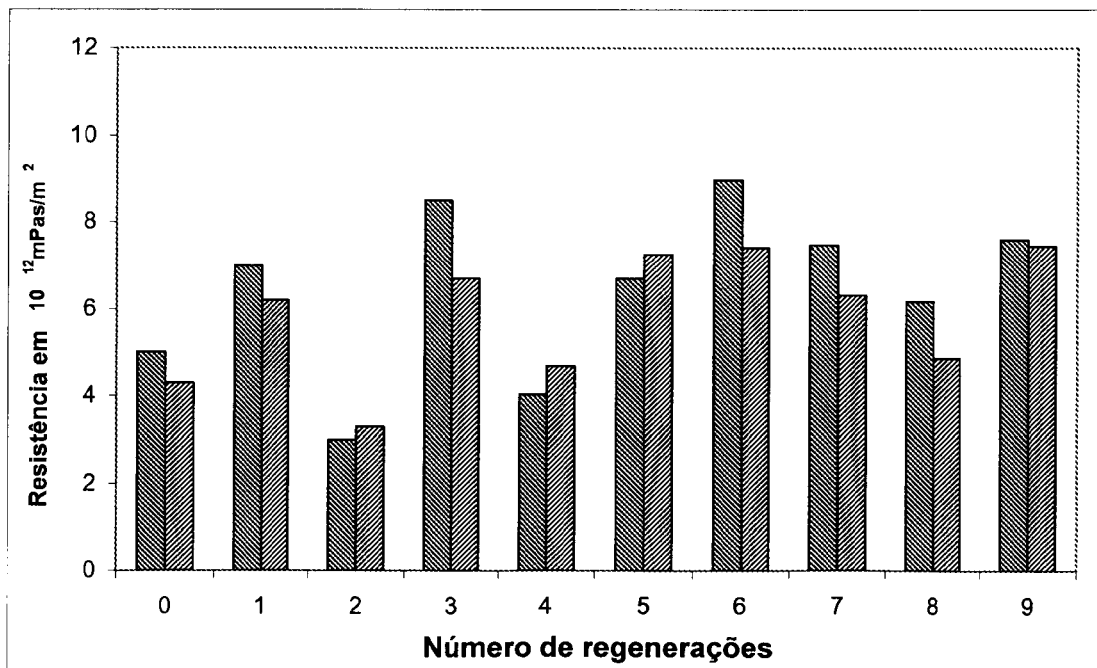


Fig. 4: Resistências de filtração (cinza) e resistências de lavagem (hachuriado) como uma função do número de regenerações

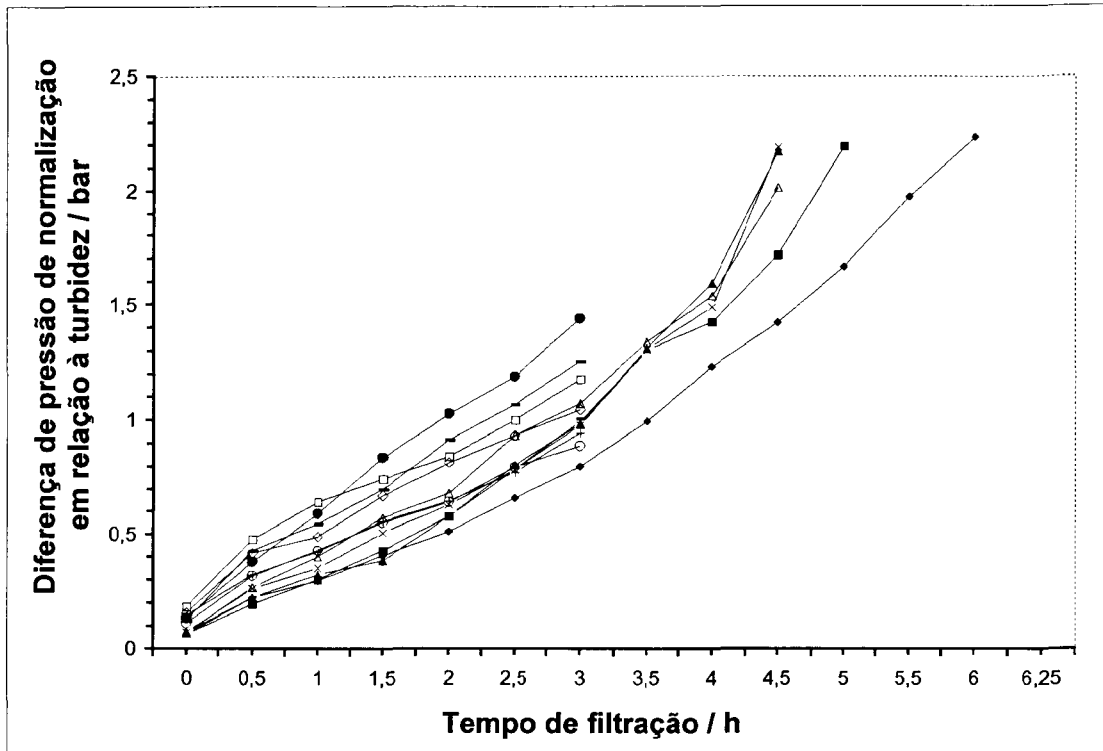


Fig. 5: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: ◆-1, ■-2, ×-3, ▲-4, △-5, □-6, ▾-7, +-8, ○-9, ●-10, -11

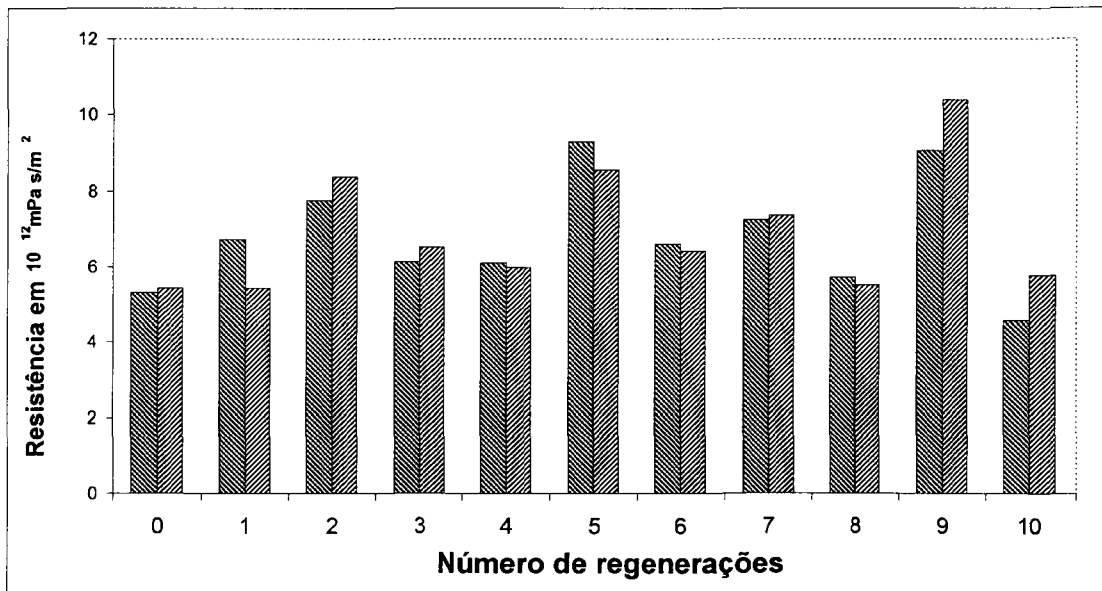


Fig. 6: Resistências de filtração (cinza) e resistências de lavagem (hachuriado) como uma função do número de regenerações

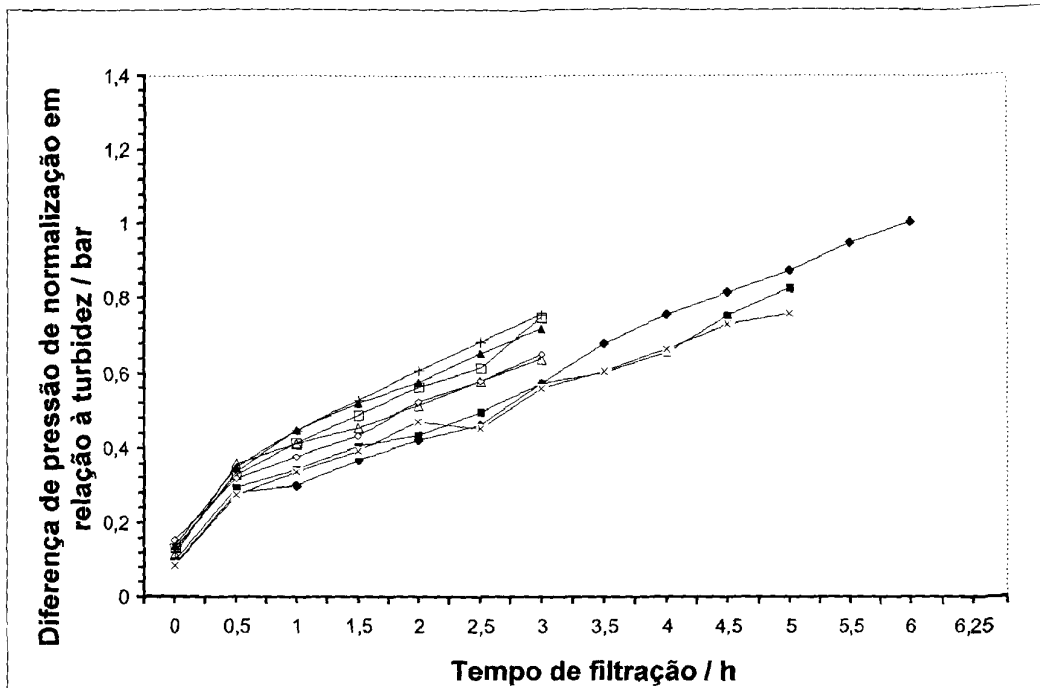


Fig. 7: Diferença de pressão normalizada em relação à turbidez como uma função do tempo de filtração (normalização a 30 EBC (25° C)); números de ciclo: + -1, ■ -2, x -3, ▲ -4, △ -5, □ -6, ◇ -7, + -8

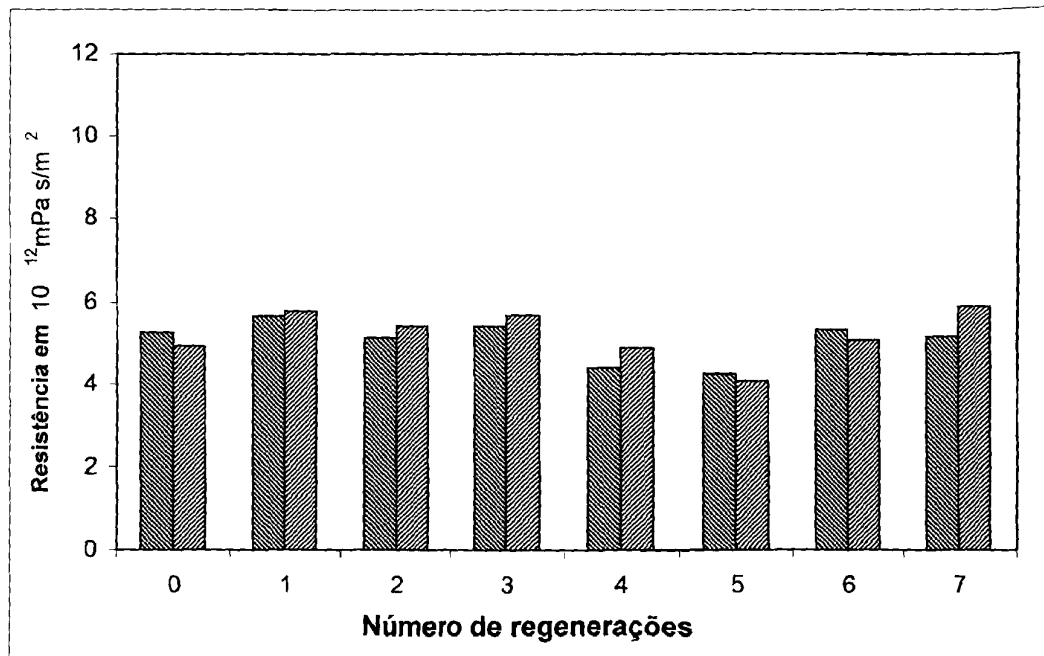


Fig. 8: Resistências de filtração (cinza) e resistências de lavagem (hachuriado) como uma função do número de regenerações