



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 365 163**

51 Int. Cl.:
C13B 20/14 (2006.01)
C13B 20/16 (2006.01)
C13B 20/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07754644 .8**
96 Fecha de presentación : **02.04.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2013367**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.01.2009**

54 Título: **Procedimiento de extracción de ceniza de un jarabe por electrodiálisis.**

30 Prioridad: **04.05.2006 US 746434 P**
07.03.2007 US 682985

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.09.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.09.2011

73 Titular/es: **EUROPEAN SUGAR HOLDINGS S.Á.R.L**
75 Parc d'Activitiés Capellen
8308 Capellen, LU

72 Inventor/es: **Jansen, Robert y**
Baiada, Anthony

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 365 163 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de extracción de ceniza de un jarabe por electrodiálisis

Antecedentes de la invención

5 La presente invención se refiere, en general, al campo de procesamiento de azúcar. Más en particular, se refiere a procedimientos para la retirada de iones (ceniza) del jarabe por electrodiálisis.

10 Los azúcares, tales como dextrosa, fructosa o sacarosa, se aíslan normalmente por un procedimiento que comprende poner en contacto materia vegetal que contiene azúcar con agua, para proporcionar un jarabe. Las plantas que contienen azúcares comunes incluyen caña de azúcar y remolacha azucarera, entre otras, y otras fuentes de azúcares incluyen plantas que contienen almidones que se pueden convertir fácilmente en azúcares, tales como trigo o maíz. En general, el jarabe también contiene iones extraídos de la materia vegetal. Tales iones se denominan comúnmente "ceniza". Es deseable retirar la ceniza de, o extraer la ceniza de, un jarabe para hacerlo más agradable para su consumo como alimento.

15 Una técnica de extracción de ceniza comprende el uso de resinas de intercambio de iones. Se pone en contacto el jarabe con una resina catiónica de ácido fuerte (CAF) para retirar cationes, y después se pone en contacto con una resina aniónica de base fuerte (ABF) para retirar aniones. Normalmente, estas etapas se deben repetir varias veces para extraer la ceniza de un jarabe hasta un nivel bajo deseable. Durante este procedimiento, las capacidades para la retirada de iones de la resina CAF y la resina ABF son reducidas, y se requiere la regeneración periódica de las resinas con un exceso de ácido y base, respectivamente. El procedimiento de regeneración proporciona grandes cantidades del material residual que comprende cationes eluidos de la resina CAF, aniones eluidos de la resina ABF, y contraiones proporcionados por el ácido o la base, respectivamente, en exceso sobre el contenido en ceniza de un jarabe original.

20 Sería deseable tener una técnica de extracción de ceniza que genere menores cantidades de material iónico residual además del contenido en ceniza de un jarabe original.

25 Otra técnica de extracción de ceniza implica la electrodiálisis. El jarabe se dializa en presencia de un campo eléctrico que fuerza los iones del jarabe a través de una membrana dentro de una zona de concentración de iones. Aunque la electrodiálisis genera menos material residual que el intercambio de iones, durante el curso de la electrodiálisis, la membrana se contamina y necesita un reemplazo relativamente rápido. El coste del reemplazo de la membrana de electrodiálisis puede ser muy alto. La electrodiálisis convencional también puede tener una eficiencia de retirada de iones menor que las técnicas de extracción de ceniza por intercambio de iones mencionadas anteriormente.

30 Sería deseable tener una técnica de extracción de ceniza que tenga un mantenimiento y unos costes de reemplazo menores que la electrodiálisis convencional y una retirada mayor de iones con relación a la electrodiálisis convencional.

35 El documento US-A-3 383 245 (Scallet et al.) da a conocer un procedimiento para la purificación de un jarabe de conversión de tipo de maíz isomerizado de más de 70 D.E. en el que se retira la ceniza por electrodiálisis, se retira el color por una resina de intercambio de aniones en forma de cloruro y se trata el jarabe con carbono.

Sumario de la invención

40 En una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento de extracción de ceniza de un jarabe, que comprende reemplazar cationes polivalentes en el jarabe con cationes monovalentes usando una resina de intercambio de cationes; reemplazar aniones polivalentes en el jarabe con aniones monovalentes usando una resina de intercambio de aniones; electrodiálizar el jarabe para retirar cationes y aniones, para proporcionar un jarabe sin ceniza y una salmuera que contiene cationes monovalentes y aniones monovalentes; regenerar la resina de intercambio de aniones poniendo en contacto la resina de intercambio de aniones con una salmuera que contiene aniones, para proporcionar una resina de intercambio de aniones regenerada y una salmuera mermada de aniones monovalentes; y regenerar la resina de intercambio de cationes poniendo en contacto la resina de intercambio de cationes con una salmuera que contiene cationes, para proporcionar una resina de intercambio de cationes regenerada y una salmuera mermada de cationes monovalentes.

Breve descripción de los dibujos

50 Los siguientes dibujos forman parte de la presente memoria y están incluidos para demostrar adicionalmente determinados aspectos de la presente invención. La invención se puede comprender mejor por referencia a uno o más de estos dibujos en combinación con la descripción detallada de realizaciones específicas presentadas en el presente documento.

La figura 1 presenta un diagrama de flujo de un procedimiento de la presente invención.

La figura 2 muestra un apilamiento de electrodiálisis adecuado para su uso en la presente invención.

Descripción de realizaciones ilustrativas

5 En una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento de extracción de ceniza de un jarabe, que comprende reemplazar cationes polivalentes en el jarabe con cationes monovalentes usando una resina de intercambio de cationes; reemplazar aniones polivalentes en el jarabe con aniones monovalentes usando una resina de intercambio de aniones; electrodiálisis el jarabe para retirar cationes y aniones, para proporcionar un jarabe sin ceniza y una salmuera que contiene cationes monovalentes y aniones monovalentes; regenerar la resina de intercambio de aniones poniendo en contacto la resina de intercambio de aniones con una salmuera que contiene aniones, para proporcionar una resina de intercambio de aniones regenerada y una salmuera mermada de aniones monovalentes; y regenerar la resina de intercambio de cationes poniendo en contacto la resina de intercambio de cationes con una salmuera que contiene cationes, para proporcionar una resina de intercambio de cationes regenerada y una salmuera mermada de cationes monovalentes.

15 Un jarabe, como se utiliza en el presente documento, es una composición que comprende agua y un azúcar. En una realización, el jarabe comprende al menos el 3 % p/v de azúcar. En una realización, el azúcar puede ser dextrosa, fructosa o sacarosa. (La palabra "o", siempre que se usa en el presente documento, tiene el significado inclusivo a menos que se establezca explícitamente lo contrario). La dextrosa y la fructosa se pueden preparar por hidrólisis y sacarificación de almidón extraído de plantas de cereal, y la sacarosa y otros azúcares se pueden extraer de varias plantas, aunque el experto en la técnica reconocerá que ciertas especies y ciertas estructuras de plantas pueden tener concentraciones más altas de almidón o de azúcares y pueden ser fuentes más económicas de las mismas. Fuentes comunes de almidón para preparar dextrosa y fructosa incluyen trigo o maíz, y fuentes frecuentes de azúcares incluyen caña de azúcar o remolacha azucarera. Estas fuentes comunes se nombran sólo como ejemplo.

20 Cuando se fabrican azúcares, dextrosa o fructosa, también se extraen otros materiales de la planta y están presentes en el jarabe sin refinar y se consideran impurezas. Entre las impurezas, están generalmente cationes mono- o polivalentes y aniones mono- o polivalentes (generalmente, "ceniza"). Los cationes mono o polivalentes que pueden estar presentes pueden incluir sodio, potasio, calcio o magnesio. En una realización, los cationes monovalentes pueden ser de sodio o potasio. En una realización, los cationes polivalentes pueden ser de calcio o magnesio.

25 Los aniones mono- o polivalentes que pueden estar presentes como ceniza pueden incluir cloruro, fosfato, sulfato u oxalato. En una realización, los aniones monovalentes pueden ser cloruro. En una realización, los aniones polivalentes pueden ser fosfato, sulfato u oxalato.

30 En una realización, el procedimiento puede comprender adicionalmente retirar cationes del jarabe sin ceniza y retirar aniones del jarabe sin ceniza.

En una realización, el procedimiento puede comprender adicionalmente concentrar la salmuera que contiene cationes monovalentes y aniones monovalentes.

35 Las resinas de intercambio de cationes se pueden definir adicionalmente como resinas catiónicas de ácido fuerte (CAF) o resinas catiónicas de ácido débil (CAD). Una resina CAF es una resina de intercambio de cationes con un pKa menor de 2. Una resina CAD es una resina de intercambio de cationes con un pKa de 2 a 7.

Las resinas de intercambio de aniones se pueden definir adicionalmente como resinas aniónicas de base fuerte (ABF) o resinas aniónicas de base débil (ABD). Una resina ABF es una resina de intercambio de aniones con un pKa mayor de 12. Una resina ABD es una resina de intercambio de aniones con un pKa de 7 a 12.

40 La tabla siguiente indica resinas CAF, CAD, ABF, y ABD ejemplares que están comercialmente disponibles.

1) Catión de ácido fuerte - sulfonato (**-SO₃H**)

2) Catión de ácido débil - carboxilato (**-COOH**)

3) Anión de base fuerte - derivados de amonio cuaternario, por ejemplo: Forma de cloruro de tipo 1 (**-CH₂N(CH₃)⁺Cl⁻**)

45 4) Anión de base débil - amina terciaria - forma de cloruro (**-CH₂NHN(CH₃)₂⁺Cl⁻**)

En una realización, la resina de intercambio de cationes es una resina catiónica de ácido débil (CAD) y la regeneración de la resina de intercambio de cationes comprende adicionalmente poner en contacto la resina de intercambio catiónico con un ácido fuerte.

En una realización, la resina de intercambio aniónico es una resina aniónica de base fuerte (ABF).

50 Parte del problema que da lugar a la corta duración de las membranas de electrodiálisis en procedimientos convencionales son los iones de calcio y de magnesio. Se ha sugerido ablandar el líquido que se va a tratar por electrodiálisis en el tratamiento de agua. Normalmente el ablandamiento se lleva a cabo con una resina de intercambio de cationes para retirar los iones de calcio y de magnesio, pero generalmente se considera caro y de

poco beneficio (por ejemplo, Mani, patente de los Estados Unidos N.º 6.017.433). Otros han sugerido añadir ácido para reducir el pH de alimentación hasta 3,5, para prevenir la contaminación de la electrodiálisis por sales de calcio y de magnesio y para evitar el crecimiento de microorganismos. Sin embargo, se necesita retirar el ácido en la operación de electrodiálisis, añadiendo a la carga de sal.

- 5 El procedimiento proporciona un procedimiento de extracción de ceniza que implica electrodiálisis que puede tener una reducción en la incidencia de la contaminación de la membrana y retirada mayor de iones con relación a las técnicas de extracción de ceniza basadas en electrodiálisis convencionales. El procedimiento también puede reducir la cantidad de residuos generados, con relación a las técnicas de extracción de ceniza basadas en intercambio de iones convencionales. También puede tener costes reducidos relativos al uso convencional de técnicas de
10 ablandamiento.

Las realizaciones ejemplares de la presente invención se muestran en las figuras 1-2.

- En cuanto a la realización mostrada en la figura 1, un jarabe sin refinar 100 se somete a una etapa de intercambio de cationes 102. En la etapa de intercambio de cationes 102, el jarabe 100 se pone en contacto con una resina de intercambio de cationes, tal como sobre una columna que contiene la resina de intercambio de cationes. La resina de intercambio de cationes contiene lechos de resina con grupos aniónicos, y cationes monovalentes, tales como sodio o potasio, se unen a los grupos aniónicos. Cuando el jarabe 100 se pone en contacto con la resina de intercambio de cationes, los cationes, incluyendo cationes polivalentes, en el jarabe compiten con los cationes monovalentes de la resina de intercambio de cationes. Los cationes anteriores en la forma de jarabe se unen a los grupos aniónicos de la resina de intercambio de cationes y los cationes monovalentes anteriores unidos a los grupos aniónicos de la resina de intercambio de cationes se transfieren al jarabe. De este modo, el nivel de cationes polivalentes en el jarabe 103 se puede reducir con relación al jarabe sin refinar 100. El término "reemplazar" significa que, al menos algunos de los cationes polivalentes en el jarabe al inicio de la etapa, son reemplazados con cationes monovalentes al final de la etapa.

En una realización, los cationes monovalentes son sodio o potasio.

- 25 Siguiendo con la figura 1, en la etapa de intercambio de aniones 104, el jarabe 103 se pone en contacto con una resina de intercambio de aniones, tal como sobre una columna que contiene la resina de intercambio de aniones. La resina de intercambio de aniones contiene lechos de resina con grupos catiónicos, y aniones monovalentes, tales como cloruro, se unen a los grupos catiónicos. Cuando el jarabe se pone en contacto con la resina de intercambio de aniones, los aniones, incluyendo aniones polivalentes, en el jarabe compiten con los aniones monovalentes de la resina de intercambio de aniones. Los aniones anteriores en la forma de jarabe se unen a los grupos catiónicos de la resina de intercambio de aniones y los aniones monovalentes anteriores unidos a los grupos catiónicos de la resina de intercambio de aniones se transfieren al jarabe. De este modo, el nivel de aniones polivalentes en el jarabe 105 se puede reducir con relación al jarabe sin refinar 100. El término "reemplazar" significa que, al menos algunos de los aniones polivalentes en el jarabe al inicio de la etapa, se reemplazan con aniones monovalentes al final de la
35 etapa.

En una realización, los aniones monovalentes son cloruro.

El plural "cationes" o "aniones" hace referencia a una pluralidad de partículas cargadas, no necesariamente una pluralidad de especies iónicas.

- En cualquier etapa de reemplazo, los iones monovalentes unidos a la resina están reemplazados con iones polivalentes. Periódicamente, la resina se debe regenerar reemplazando los iones polivalentes unidos a la resina con iones monovalentes de una solución de regeneración. La regeneración se debatirá con más detalle a continuación.

La etapa de intercambio de cationes y la etapa de intercambio de aniones se puede realizar en cualquier orden. En la figura 1, la etapa de intercambio de cationes 102 se muestra en primer lugar y la etapa de intercambio de cationes 104 se muestra en segundo lugar.

- 45 Después del reemplazo de cationes polivalentes y de aniones polivalentes, continuando con la figura 1, en la etapa de electrodiálisis 106, el jarabe 105, del que se ha retirado, al menos, algunos iones polivalentes, se electrodiáliza para retirar cationes y aniones, para proporcionar un jarabe sin ceniza 107 y una salmuera 110.

- La electrodiálisis es una técnica conocida. En la figura 2 se muestra una representación esquemática de un sistema de electrodiálisis. Un sistema de electrodiálisis comprende normalmente un apilamiento de membranas de transferencia de cationes alternadas 204 y de membranas de transferencia de aniones 206, que definen zonas de alimentación alternadas 210, 212 y 214 y zonas de concentración 260, 262 y 264. El sistema de electrodiálisis también comprende un ánodo 200 en un primer extremo del apilamiento y un cátodo 202 en el otro extremo del apilamiento. A través del ánodo 200 y del cátodo 202, se aplica un campo eléctrico a lo largo del apilamiento de modo que exista una diferencia de potencial eléctrico entre cada zona de alimentación (por ejemplo, 212) y en cada una de las zonas de concentración adyacentes a ellas (por ejemplo, 260, 262).

En la etapa de electrodiálisis, el jarabe 105 se alimenta a una primera zona de alimentación (por ejemplo, 212)

desde la fuente de alimentación 208 y se alimenta agua 108 tanto a una primera zona de concentración del lado del ánodo de la primera zona de alimentación (por ejemplo, 260) como a una segunda zona de concentración del lado del cátodo de la primera zona de alimentación (por ejemplo, 262) desde una fuente de agua 258. El campo eléctrico conduce al menos algunos aniones desde la zona de alimentación 212 hacia el ánodo 200, a través de una membrana de transferencia de aniones 206 a la primera zona de concentración 260, y conduce al menos algunos cationes desde la zona de alimentación 212 hacia el cátodo 202, a través de una membrana de transferencia de cationes 204 a la segunda zona de concentración 262. El jarabe 105 se puede alimentar desde la primera zona de alimentación 260 hasta una segunda zona de alimentación 262, en la que se produce la misma conducción de iones, y demás, o se puede hacer pasar sólo una vez a través del sistema de electrodiálisis. La etapa de electrodiálisis da como resultado un jarabe con una concentración de iones menor, es decir, un jarabe sin ceniza, en el extremo posterior 208' de las zonas de alimentación. Mientras se está alimentando el jarabe 105 desde una zona de alimentación hasta otra zona de alimentación, se alimenta agua 108 a través de las zonas de concentración. Se recoge agua de las zonas de concentración, en las que se ha obtenido aniones y cationes, en el extremo posterior 258' de las zonas de concentración. Así, la etapa de electrodiálisis también da como resultado una salmuera que contiene cationes monovalentes y aniones monovalentes 110, que se usa en el presente documento para referirse a una solución acuosa que contiene cationes y aniones y que sustancialmente no contiene azúcar. No es necesario que el catión sea sodio, ni es necesario que el anión sea cloruro, para una solución que sea una salmuera, tal como se usa el término en el presente documento. La salmuera que resulta de la etapa de electrodiálisis comprenderá principalmente cationes monovalentes y aniones monovalentes.

Los inventores han descubierto que la realización previa de la etapa de intercambio de cationes y de la etapa de intercambio de aniones minimiza la contaminación de las membranas de intercambio de iones en el sistema de electrodiálisis. En ausencia de las etapas de reemplazo, y a pesar del mantenimiento de rutina para minimizar el crecimiento bacteriano y la contaminación por precipitación mineral, la duración típica de la membrana es del orden de semanas. Con la realización de las etapas de reemplazo y el mantenimiento de rutina, en muchos casos, la duración de la membrana puede ser del orden de meses. Esto muestra un beneficio económico claro del presente procedimiento.

Los inventores han descubierto también que la realización previa de la etapa de intercambio de cationes y de la etapa de intercambio de aniones potencia la retirada de iones. Por ejemplo, en ausencia de las etapas de reemplazo, se ha observado que la electrodiálisis puede retirar aproximadamente el 50% de aniones fosfato y aproximadamente el 50-60% de aniones sulfato de un jarabe de dextrosa. Con la realización de las etapas de reemplazo, en muchos casos, la electrodiálisis puede retirar aproximadamente el 90% de aniones monovalentes, tales como cloruro, de un jarabe de dextrosa.

Después de la electrodiálisis, el jarabe sin ceniza 107 puede contener todavía algunos iones residuales. Dependiendo del uso destinado del jarabe sin ceniza 107, el contenido en iones residuales puede ser indeseablemente alto y puede ser apropiada una retirada de iones adicional. Por lo tanto, en una realización, el procedimiento comprende adicionalmente retirar cationes del jarabe sin ceniza 107 y retirar aniones del jarabe sin ceniza 107, mostrado colectivamente en la figura 1 como dos ciclos ("x 2") de retirada de cationes y retirada de aniones ("pulido CA") 112 para proporcionar el jarabe sin ceniza final 114. Estas etapas de retirada se pueden realizar por intercambio de iones, entre otras técnicas.

Como se establece anteriormente, la resina de intercambio de cationes y la resina de intercambio de aniones requiere una regeneración periódica mediante el tratamiento con una solución que contiene iones monovalentes. También como se establece anteriormente, la etapa de electrodiálisis 106 da como resultado una salmuera 110 que contiene iones monovalentes. Por lo tanto, en una realización, el procedimiento también implica regenerar cualquiera o ambas resinas con una salmuera 110 que se origina de la etapa de electrodiálisis 106.

Antes de la regeneración, puede ser deseable concentrar la salmuera, tal como por osmosis inversa o por evaporación, entre otras técnicas conocidas en la técnica. La figura 1 muestra una etapa de concentración 116 que implica osmosis inversa ("OI"), proporcionando salmuera al 10% de sal 120 y agua 118. La concentración, sin embargo, puede no ser necesaria, dependiendo del contenido en iones de la salmuera y de los requisitos de regeneración particulares de cualquiera o ambas resinas.

En una realización, el procedimiento comprende adicionalmente regenerar la resina de intercambio de aniones con la salmuera 120, para proporcionar una resina de intercambio de aniones regenerada y una salmuera mermada de aniones monovalentes 125. En la etapa de regeneración, los aniones polivalentes unidos a los grupos catiónicos de la resina de intercambio de aniones se intercambian con aniones monovalentes en la salmuera; los aniones monovalentes se unen a los grupos catiónicos de la resina de intercambio de aniones; y los cationes monovalentes de la salmuera de partida y los aniones polivalentes intercambiados con la resina de intercambio de aniones proporcionan una salmuera mermada de aniones monovalentes, lo que significa una salmuera en la que más aniones son aniones polivalentes de los que certeramente eran antes de la regeneración de la resina de intercambio de aniones.

En una realización adicional, la salmuera delecionada en aniones monovalentes 125 se puede usar para regenerar la resina de intercambio de cationes. Sin embargo, las sales de calcio con aniones polivalentes pueden ser

insolubles, y por tanto si el calcio es un catión polivalente unido a grupos aniónicos de la resina de intercambio de cationes, deberá tenerse cuidado para evitar la formación de especies insolubles. Por lo tanto, puede ser deseable regenerar la resina de intercambio de cationes con un ácido fuerte, tal como HCl 122 como se muestra en la figura 1, así como la salmuera mermada de aniones monovalentes 125. Esto puede ser particularmente deseable si la resina de intercambio de cationes es una resina CAD. Un ácido fuerte, dentro de esta realización, es ácido clorhídrico, ácido nítrico o una mezcla de ambos. Si se desea un ácido fuerte, la resina de intercambio de cationes se puede poner en contacto en primer lugar con el ácido fuerte 122, para eliminar la(s) sal(es) de cloruro de calcio o de nitrato de calcio, y proporcionar las formas protonadas de los grupos aniónicos de las resina de intercambio de cationes. Después, la salmuera mermada de aniones monovalentes 125 se puede usar para reemplazar algunos o todos los protones unidos a los grupos aniónicos de la resina de intercambio de cationes con cationes monovalentes. Normalmente, aproximadamente el 50% de los protones se reemplazan con cationes monovalentes. El resultado es una resina de intercambio de cationes regenerada y una salmuera mermada de cationes monovalentes, colectivamente residual 124 en la figura 1.

Cuando se reemplazan aproximadamente el 50% de los protones, dando una columna de resina que es 50/50 en el hidrógeno y forma de catión monovalente, el pH del jarabe de dextrosa que sale de la columna será aproximadamente de pH 5,0, similar al pH de alimentación. Cuando se procesa un jarabe de dextrosa puede ser útil mantener el pH a pH 5,5 o menos para ayudar a prevenir el crecimiento de microorganismos y a reducir el grado de formación de color en el calentamiento posterior durante la evaporación.

Las sales de calcio y la salmuera mermada de cationes monovalentes, de forma separada o juntas como residuo 124, se puede eliminar como residuo o usarse en la preparación de fertilizante u otro material. Se ha descubierto que la cantidad de sales de calcio y salmuera mermada de cationes monovalentes generadas por la realización del procedimiento es generalmente menor que la cantidad de sales y salmuera generadas por procedimientos de intercambio de iones convencionales. La figura 1 muestra la regeneración de la resina de intercambio de aniones seguida de la regeneración de la resina de intercambio de cationes.

En otra realización, la salmuera que resulta de la electrodiálisis se puede usar en la regeneración de la resina de intercambio de cationes, posiblemente con un ácido fuerte como se describe anteriormente, y la salmuera resultante mermada de cationes monovalentes se puede usar en la regeneración de la resina de intercambio de aniones.

Ejemplo I

Se pretrató un jarabe de dextrosa usando intercambio de iones antes de la electrodiálisis. El pretratamiento comprendió una única columna de cationes que contenía 700 l de Purolite C 104 y columnas de aniones principal y secundaria que contenían 900 l cada una de Purolite Styrene A500PS.

El jarabe de dextrosa tuvo una concentración de 30 Brix y una temperatura de 50°C, y se alimentó a las columnas a 800 l/h. El tiempo de servicio para la columna de cationes fue de 100 horas y la columna de aniones principal se regeneró después de 60 horas.

Después del pretratamiento, se electrodializó el jarabe de dextrosa. La unidad de electrodiálisis fue fabricada por Eurodia Industrie, modelo EUR40B 40 LCD. Las membranas de Neosepta contenidas en la unidad fabricadas por Tokuyama, Japón. El tipo de membrana de intercambio de iones catiónico fue CMX SB y el tipo de membrana de intercambio aniónico fue AMX SB. La superficie de membrana eficaz fue de 16 m².

El jarabe de dextrosa alimentado a la unidad de electrodiálisis tuvo una concentración de 26 Brix y una temperatura de 52°C. El caudal fue de 800 l/h y la conductividad fue de 1200 ± 200 µS.

En las zonas de concentración, se recicló la salmuera a un caudal de 800 l/h con la presión en cada lado de la membrana equilibrada a 0,6 bar. Se mantuvo la conductividad de la salmuera en el intervalo de 1,5 a 2,0 milisiemens añadiendo agua y purgando la salmuera. Se formó inicialmente la salmuera usando un condensado del procedimiento a 52°C y al 10% de HCl para dar una conductividad de 1-7 milisiemens.

Los parámetros del funcionamiento de la unidad e electrodiálisis incluyeron una diferencia potencial en toda la membrana de 40 V y un uso de corriente de 30 A. Se hizo funcionar la unidad hasta que la eficiencia (calculada por la diferencia de conductividad) fue menor del 90%. Esto fue normalmente 24 horas después de que la unidad y los tanques de alimentación se sometieran a limpieza química y regeneración con ciclos separados de NaOH (hasta una concentración de 23 pS) y HCl (40 µS).

Se realizó la regeneración de las columnas de cationes retirando el edulcorante en primer lugar hasta que el efluente fue menor de 1 Brix usando condensado del procedimiento a 3 l/min. Entonces, se pasaron 1350 l de HCl al 10% a 3,5 l/min. Esto se retiró posteriormente mediante lavado, por el condensado del procedimiento a 2 l/min, hasta que la conductividad que dejaba la columna fue menor de 70 µS. Se convirtió la resina C104 en forma de ácido a forma de sodio al 50% usando 2000 l de NaOH 3% a un caudal de 4 l/min. Antes de ponerse en servicio, se retiraron por lavado los productos químicos en exceso usando el condensado del procedimiento a 2 l/min, hasta que el efluente tuvo una conductividad menor de 70 µS.

En primer lugar, se eliminó el edulcorado de las columnas de aniones bajo las mismas condiciones que las columnas de cationes. Entonces, se realizó la regeneración usando 560 l de una solución de HCl al 10% y 120 l de solución de NaOH al 2% pasado a 2,5 l/min. Se retiraron por lavado los productos químicos en exceso usando el condensado del procedimiento a 2 l/min hasta que la solución que dejaba la columna tuvo una conductividad menor de 70 μ S.

5 **Ejemplo 2**

Se toma aproximadamente 1 metro cúbico de salmuera diluida producida por la unidad de electrodiálisis durante su tiempo de funcionamiento de extracción de ceniza del jarabe. Esta es una solución diluida de la sal que se está retirando de la solución de azúcar que se está procesando por la unidad de electrodiálisis.

10 Después se concentra la solución de salmuera usando un sistema de ósmosis inversa. La ósmosis inversa es un sistema de membrana que usa una presión alta para separar el agua de soluciones salinas diluidas. Se realiza la ósmosis inversa usando dos membranas de tratamiento de agua Osmonics de 10,16 cm (4 pulgadas) de diámetro. Se concentra la salmuera hasta que es aproximadamente el 8% de la concentración.

15 Se fijan dos columnas de vidrio de 100 ml como columnas de resina con 50 ml de resina aniónica de base fuerte (ABF) en una y 50 ml de resina catiónica de ácido débil (CAD) en la otra. La resina usada debe ser resina agotada tomada de las columnas usadas para el pretratamiento anterior a la unidad de electrodiálisis, como se describe en el ejemplo 1.

20 Se mezcla sosa cáustica en la salmuera obtenida después de la concentración por ósmosis inversa. La cantidad de sosa cáustica debe ser el 2% del contenido en cloruro de sodio. Se usa esta mezcla de salmuera y sosa cáustica para regenerar la resina aniónica de base fuerte (ABF). Se fija el flujo de este material al 25 ml por hora y se regenera para aproximadamente un volumen de lecho. Se recoge el efluente de la columna.

Se lleva a cabo la primera fase de la regeneración de la resina catiónica de ácido débil usando 100 ml de ácido clorhídrico al 10%. Se desecha el efluente de esta regeneración parcial.

25 Se lleva a cabo la segunda fase de la regeneración del catión de ácido débil (CAD) usando el efluente de la regeneración del anión de base fuerte. Se debe pasar este material a través de la columna a una velocidad de 25 ml por hora y debe ser suficiente un total de 100 ml para la regeneración.

Después de los tratamientos anteriores, ambas resinas, la resina aniónica de base fuerte y la resina catiónica de ácido débil, deben estar suficientemente regeneradas para permitir el pretratamiento de azúcar o dextrosa antes del procesamiento por electrodiálisis.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de extracción de ceniza de un jarabe, que comprende:
 - reemplazar cationes polivalentes en el jarabe con cationes monovalentes usando una resina de intercambio de cationes;
- 5 reemplazar aniones polivalentes en el jarabe con aniones monovalentes usando una resina de intercambio de aniones;
 - electrodializar el jarabe para retirar cationes y aniones, para proporcionar un jarabe sin ceniza y una salmuera que contiene cationes monovalentes y aniones monovalentes;
- 10 regenerar la resina de intercambio de aniones poniendo en contacto la resina de intercambio de aniones con una salmuera que contiene aniones, para proporcionar una resina de intercambio de aniones regenerada y una salmuera mermada de aniones monovalentes; y
 - regenerar la resina de intercambio de cationes poniendo en contacto la resina de intercambio de cationes con una salmuera que contiene cationes, para proporcionar una resina de intercambio de cationes regenerada y una salmuera mermada de cationes monovalentes.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el jarabe comprende dextrosa, fructosa o sacarosa.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los cationes monovalentes son sodio o potasio.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los aniones monovalentes son cloruro.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende adicionalmente retirar cationes del jarabe sin ceniza y retirar aniones del jarabe sin ceniza.
- 20 6. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende adicionalmente concentrar la salmuera que contiene cationes monovalentes y aniones monovalentes.
7. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que la salmuera concentrada se usa en cualquiera o en ambas etapas de regeneración.
8. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los cationes polivalentes son calcio o magnesio.
- 25 9. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los aniones polivalentes son fosfato, sulfato u oxalato.
10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la resina de intercambio de cationes es una resina catiónica de ácido débil (CAD) y la regeneración de la resina de intercambio de cationes comprende adicionalmente poner en contacto la resina de intercambio catiónico con un ácido fuerte.
- 30 11. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la resina de intercambio aniónico es una resina aniónica de base fuerte (ABF).

FIGURA 1

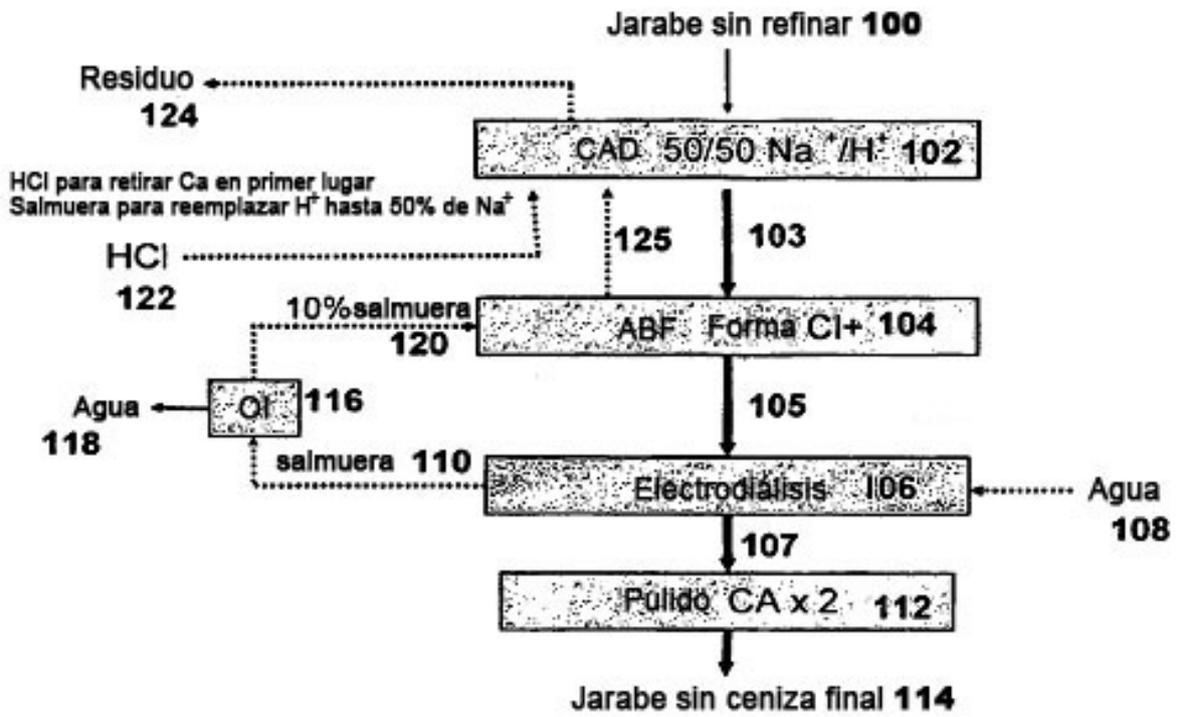


FIGURA 2

