

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 982**

51 Int. Cl.:

C13K 1/00 (2006.01)

C13K 13/00 (2006.01)

C13B 20/16 (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01994869 .4**

96 Fecha de presentación: **28.12.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1366198**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.12.2003**

54 Título: **Procedimiento de separación**

30 Prioridad:
28.12.2000 FI 20002865
28.12.2000 FI 20002866

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.04.2012

73 Titular/es:
DANISCO A/S
LANGEBROGADE 1 PO BOX 17
1001 COPENHAGEN K, DK

72 Inventor/es:
HEIKKILÄ, Heikki;
MÄNTTÄRI, Mika;
NYSTRÖM, Marianne;
LINDROOS, Mirja;
PAANANEN, Hannu;
PUUPPO, Outi y
KOIVIKKO, Hannu

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 378 982 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 separación

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5 La invención se refiere a un proceso nuevo para separar compuestos químicos que tienen un peso molecular pequeño de compuestos que tienen un peso molecular solo ligeramente mayor, normalmente un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de menor peso molecular. El proceso de la invención está basado en el uso de la nanofiltración. La invención se puede aplicar a recuperar xilosa de hidrolisatos de biomasa, tal como de un licor agotado obtenido mediante un proceso de pulpación, habitualmente a partir de proceso de pulpación de sulfito, por ejemplo. La invención también puede aplicarse a la recuperación de betaína de extractos de biomasa, tales como un extracto de pulpa de remolacha azucarera.

10 La nanofiltración es un proceso de filtración con membrana a presión relativamente nuevo, que se encuentra entre la ósmosis y la ultrafiltración. La nanofiltración típicamente retiene moléculas orgánicas grandes con un peso molecular superior a 300 g/mol. Las membranas de nanofiltración más importantes son membranas compuestas fabricadas mediante polimerización interfacial. Los ejemplos de membranas de nanofiltración usadas ampliamente incluyen
15 membranas de sulfona de poliéter, membranas de sulfona de poliéter sulfonadas, membranas de poliéster, membranas de polisulfona, membranas de poliamidas aromáticas, membranas de alcohol polivinílico y membranas de polipiperacina. En nanofiltración también se pueden usar membranas inorgánicas y cerámicas.

20 En la técnica se conoce el uso de la nanofiltración para separar monosacáridos, tal como glucosa y manosa de disacáridos y sacáridos superiores. Por ejemplo, la mezcla de partida que incluye monosacáridos, disacáridos y sacáridos superiores puede ser un hidrolisato de almidón.

25 La Patente de EE.UU. 5.869.297 (Archer Daniels Midland Co.) describe un proceso de nanofiltración para fabricar dextrosa. Dicho proceso comprende nanofiltrar una composición de dextrosa que incluye como impurezas sacáridos superiores, tales como disacáridos y trisacáridos. Se obtiene una composición de dextrosa que presenta un contenido en sólidos de al menos el 99% de dextrosa. Como membranas de nanofiltración se han usado membranas de poliamida aromática reticulada.

30 El documento WO 99/28490 (Novo Nordisk AS) describe un método para la reacción enzimática de sacáridos y para la nanofiltración de sacáridos tratada enzimáticamente que incluye monosacáridos, disacáridos, trisacáridos y sacáridos superiores. Los monosacáridos se obtienen en el permeado, mientras que en el rechazo se obtiene un jarabe de oligosacáridos que contiene disacáridos y sacáridos superiores. El rechazo que incluye los disacáridos y los sacáridos superiores se recupera. Como membrana de nanofiltración, por ejemplo, se ha usado una membrana compuesta de polisulfona de película fina que tiene una luz de paso de menos de 100 g/mol.

35 La Patente de EE.UU. 4.511.654 (UOP Inc.) se refiere a un proceso para la producción de un jarabe rico en glucosa o maltosa mediante el tratamiento de un alimento que contiene glucosa/maltosa con una enzima seleccionada entre amiloglicosidasa y β -amilasa para formar una mezcla de reacción parcialmente hidrolizada, haciendo pasar la mezcla de reacción resultante parcialmente hidrolizada a través de una membrana de ultrafiltración para formar un rechazo y un permeado, recirculando el rechazo a la etapa de tratamiento enzimático, y recuperando el permeado que incluye el jarabe rico en glucosa o maltosa.

40 La Patente de EE.UU. 6.126.754 (Roquette Freres) se refiere a un proceso para la fabricación de un hidrolisato de almidón con un elevado contenido en dextrosa. En este proceso, una lechada de almidón es sometida a tratamiento enzimático para obtener un hidrolisato sacarificado crudo. El hidrolisato así formado se somete entonces a nanofiltración para recolectar como permeado de nanofiltración el hidrolisato de almidón deseado con un elevado contenido de dextrosa.

45 También es conocido el uso de técnicas de membranas, tales como la ultrafiltración, para purificar licores de pulpación de sulfito agotados para recuperar xilosa (por ejemplo, Papermaking Science and Technology, Libro 3: Forest Products Chemistry, pág. 86, editores Johan Gullichsen, Hannu Paulapuro y Per Stenius, Helsinki University of Technology, publicado en cooperación con la Finnish Paper Engineer's Association y TAPPI, Gummerus, Jyväskylä, Finlandia, 2000). La xilosa se produce en grandes cantidades en la industria de la pasta de papel, por ejemplo en la cocción con sulfito de materias primas madereras. Además de xilosa, los licores de pulpación de sulfito agotados contienen, como componentes típicos, lignosulfonatos, reactivos químicos de la cocción con sulfito, ácido xilónico, azúcares oligoméricos, azúcares diméricos y monosacáridos (diferentes a la xilosa deseada), y ácidos carboxílicos, tales como ácido acético y ácido urónico. Por tanto, los lignosulfonatos de elevado peso molecular pueden separarse mediante ultrafiltración de los componentes de bajo peso molecular, tales como la xilosa.

50 Por tanto, se conoce el uso de la ultrafiltración para separar compuestos que tienen un elevado peso molecular, tales como los lignosulfonatos presentes en un licor de sulfito agotado, de compuestos que tienen un bajo peso

molecular, tales como la xilosa, mediante lo cual los compuestos que tienen un elevado peso molecular (lignosulfonatos) son separados con el rechazo y los compuestos que tienen un bajo peso molecular (xilosa) son enriquecidos en el permeado. Se puede realizar un enriquecimiento adicional de xilosa a partir de, por ejemplo, sales mediante métodos cromatográficos que usan exclusión iónica.

5 La separación de la xilosa de otros monosacáridos, tales como la glucosa, mediante técnicas de membrana no se ha descrito en el estado de la técnica.

10 La xilosa típicamente se ha recuperado mediante cristalización, por ejemplo a partir de disoluciones que contienen xilosa de diferente origen y pureza. Antes de la cristalización, es necesario purificar la disolución que contiene xilosa obtenida como resultado de la hidrólisis de material celulósico hasta un grado requerido de pureza mediante diversos métodos, tales como filtración para eliminar impurezas mecánicas, ultrafiltración, intercambio iónico, decoloración, exclusión iónica o cromatografía, o combinación de los mismos.

15 La separación de xilosa de dichos licores de cocción se describe, por ejemplo, en la Patente de EE.UU. 4.631.129 (Suomen Sokeri Oy). En este proceso, el licor de sulfito agotado se somete a una separación cromatográfica en dos etapas para formar fracciones de azúcares (por ejemplo, xilosa) sustancialmente purificadas y lignosulfonatos. El primer fraccionamiento cromatográfico se lleva a cabo usando una resina en forma de sal metálica divalente, típicamente en forma de sal de calcio, y el segundo fraccionamiento cromatográfico se lleva a cabo usando una resina en forma de sal monovalente, tal como la forma de sal sódica.

20 La Patente de EE.UU. 5.637.225 (Xyrofin Oy) describe un método para el fraccionamiento de licor de cocción de sulfito mediante un sistema de lecho móvil simulado cromatográfico que comprende al menos dos lechos de material de relleno seccional cromatográfico, en donde se obtiene al menos una fracción enriquecida con monosacáridos y una fracción enriquecida con lignosulfonatos. El material de los lechos de material de relleno seccional normalmente en una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma de Ca^{2+} .

25 La Patente de EE.UU. 5.730.877 (Xyrofin Oy) describe un método para fraccionar una disolución, tal como un licor de cocción de sulfito, mediante un método de separación cromatográfica que usa un sistema que comprende al menos dos lechos de relleno seccional cromatográfico en diferentes formas iónicas. El material del lecho de relleno seccional del primer lazo del proceso se encuentra esencialmente en forma de catión divalente, tal como en forma de Ca^{2+} , y el último lazo se encuentra esencialmente en forma de catión monovalente, tal como en forma de Na^+ .

30 El documento WO 96/27028 (Xyrofin Oy) describe un método para la recuperación de xilosa mediante cristalización y/o precipitación a partir de disoluciones que tienen una pureza de xilosa comparativamente baja, típicamente entre 30 y 60 % en peso de xilosa referido a sólidos secos disueltos. La disolución de xilosa que va a ser tratada puede ser, por ejemplo, un concentrado obtenido cromatográficamente a partir de un licor de pulpación de sulfito.

BREVE RESUMEN DE LA INVENCIÓN

La invención se describe de manera óptima mediante la reivindicación 1.

35 El propósito de la invención es proporcionar un método para separar compuestos químicos que tienen un peso molecular pequeño de compuestos que tienen un peso molecular superior al de los compuestos con un peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño. El proceso de la invención reivindicada se basa en el uso de la nanofiltración.

40 De acuerdo con la presente invención, las complicadas e incómodas etapas cromatográficas o de intercambio iónico pueden sustituirse completa o parcialmente por técnicas de membrana de nanofiltración menos complicadas. El proceso de la invención proporciona una disolución enriquecida en compuestos con un peso molecular pequeño y esencialmente libre de compuestos de peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño. En una realización de la invención, la invención proporciona una disolución de xilosa enriquecida en xilosa y libre de impurezas convencionales de hidrolisatos de biomasa, tal como aquellos presentes en un licor de pulpación de sulfito agotado. En otra realización
45 de la invención, la invención proporciona una disolución enriquecida en betaína y libre de componentes de monosacáridos no deseados, tal como glucosa, eritritol e inositol.

En la siguiente descripción y en las reivindicaciones anexas se proporciona una explicación más detallada.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

En este apartado se realizará una descripción detallada de las realizaciones preferidas de la invención.

50 La invención se refiere a un proceso para separar compuestos que tienen un peso molecular pequeño de compuestos que tienen un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño.

La invención se caracteriza por:

- proporcionar una disolución de partida que comprende compuestos con un peso molecular pequeño y compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño,
- 5 someter a dicha disolución a nanofiltración para obtener una fracción enriquecida en compuestos de peso molecular pequeño y una fracción enriquecida en compuestos de peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de compuestos de peso molecular pequeño,
- recuperar la fracción enriquecida en compuestos de peso molecular pequeño, y
- 10 opcionalmente recuperar la fracción enriquecida en compuestos de peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeños pero inferior a 1,9 veces el de compuestos de peso molecular pequeño.
- en donde los compuestos de peso molecular pequeño tienen un peso molecular de hasta 250 g/mol, y los compuestos de peso molecular inferior a 1,9 veces pero superior al de los compuestos de peso molecular pequeño tiene un peso molecular inferior a 475 g/mol, y
- 15 en donde los compuestos que van a ser separados se seleccionan entre los siguientes (el(los) primer(os) compuesto(s) de cada caso es(son) un(os) compuesto(s) de peso molecular inferior a 1,9 veces pero superior al de los compuestos de peso molecular bajo):
- 1) los azúcares de pentosa seleccionados entre xilosa y arabinosa se separan de azúcares de hexosa seleccionados entre glucosa, galactosa, ramnosa y manosa,
 - 20 2) el xilitol se separa del sorbitol,
 - 3) la betaína se separa del eritritol,
 - 4) el glicerol se separa de la betaína,
 - 5) la betaína se separa de la glucosa,
 - 6) la betaína se separa del inositol,
 - 25 7) el eritritol se separa del inositol,
 - 8) el eritritol se separa de la glucosa,
 - 9) la prolina se separa de la betaína, y
 - 10) los azúcares de pentosa seleccionados entre xilosa y arabinosa se separan del ácido xilónico.
- 30 Los compuestos con un peso molecular pequeño tienen un peso molecular de hasta 250 g/mol, preferiblemente de hasta 200 g/mol. Los compuestos con un peso molecular pequeño se seleccionan típicamente entre azúcares, alcoholes de azúcares, inositoles, betaína y aminoácidos. Dichos azúcares pueden seleccionarse entre azúcares de cetosa y azúcares de aldosa. Los azúcares se pueden encontrar en forma anhidra o en forma desoxi. Dichos alcoholes de azúcares pueden seleccionarse entre hexitoles, pentitoles, etc.
- 35 Los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos con un peso molecular pequeño son compuestos que tienen un peso molecular ligeramente mayor que los compuestos de peso molecular pequeño. En relación con la presente invención, los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se refieren a compuestos que tienen un peso molecular superior al de los compuestos con peso molecular pequeño, pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño.
- 40 Los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño tienen por tanto un peso molecular inferior a 475, preferiblemente inferior a 380 g/mol. En una realización preferida de la invención, estos compuestos tienen un peso molecular de hasta 1,5 veces el de los compuestos con un peso molecular pequeño, es decir, hasta 375 y hasta 300 g/mol, respectivamente.
- 45 Los ejemplos de azúcares con un peso molecular pequeño comprenden xilosa y arabinosa, que tienen un peso molecular de 150,13 g/mol y que son azúcares de pentosa.
- Los ejemplos de azúcares con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular

pequeño son glucosa (180,16 g/mol), galactosa (180,16 g/mol), ramnosa (164,16 g/mol) y manosa (180,16 g/mol), que son azúcares de hexosa.

5 En una realización de la invención, el compuesto con un peso molecular pequeño es betaína (117,15 g/mol) y los compuestos que se van a separar de la betaína son glucosa (180,16 g/mol) e inositol (180,16 g/mol). En otra realización de la invención, el compuesto que se va a separar de la betaína es eritritol (122,12 g/mol).

10 En una realización típica de la invención, la fracción enriquecida en compuestos que tienen un peso molecular pequeño presenta un contenido de los mismos que es más de 1,1 veces, preferiblemente más de 1,5 veces, y aún más preferiblemente más de 2,5 veces el de la disolución de partida, en base al contenido de sustancia seca. La fracción enriquecida en compuestos que tienen un peso molecular pequeño típicamente presenta un contenido de los mismos de más de 1,5 a 2,5 veces el de la disolución de partida, en base al contenido de sustancia seca.

En una realización de la invención, la fracción enriquecida en compuestos de peso molecular pequeño se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se recupera como rechazo de la nanofiltración.

15 En otra realización de la invención, la fracción enriquecida en compuestos de peso molecular pequeño se recupera como rechazo de la nanofiltración y los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se recupera como permeado de la nanofiltración.

20 En una realización de la invención, los compuestos con un peso molecular pequeño comprenden azúcares de pentosa y los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño comprenden azúcares de hexosa. Dichos azúcares de pentosa comprenden xilosa y arabinosa y dichos azúcares de hexosa comprenden glucosa, galactosa, ramnosa y manosa. La fracción enriquecida en azúcares de pentosa se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en azúcares de hexosa se recupera como rechazo de la nanofiltración.

25 En otra realización de la invención, el compuesto con un peso molecular pequeño es xilitol (152,15 g/mol) y el compuesto con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño es sorbitol (182,17 g/mol). La fracción enriquecida en xilitol se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en sorbitol se recupera como rechazo de la nanofiltración.

30 En otra realización de la invención, el compuesto con un peso molecular pequeño se selecciona de betaína y el compuesto con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se selecciona de eritritol. En esta realización de la invención, la fracción enriquecida en betaína se recupera típicamente como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en eritritol se recupera como rechazo de la nanofiltración. En otra realización de la invención, la fracción enriquecida en betaína se recupera como rechazo de la nanofiltración y la fracción enriquecida en eritritol se recupera como permeado de la nanofiltración, dependiendo de la membrana de nanofiltración.

35 En una realización adicional de la invención, el compuesto con un peso molecular pequeño se selecciona de betaína y los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se seleccionan entre glucosa e inositol. En esta realización de la invención, la fracción enriquecida en betaína se recupera como rechazo de la nanofiltración y la fracción enriquecida en glucosa e inositol se recupera como permeado de la invención. En otra realización de la invención, la fracción enriquecida en betaína se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en glucosa e inositol se recupera como rechazo de la nanofiltración, dependiendo de la membrana de nanofiltración.

La separación de la betaína con el rechazo de la nanofiltración habitualmente se lleva a cabo con una membrana hidrofílica, mientras que la separación de la betaína con el permeado de la nanofiltración habitualmente se lleva a cabo con una membrana hidrofóbica.

45 La betaína se separa habitualmente a partir de un extracto de biomasa, tal como el extracto de pulpa de remolacha azucarera. El extracto de biomasa de partida puede incluir moléculas grandes, tales como sacarosa, como componente típico. En la realización de la invención en la que la betaína deseada se recupera como rechazo de la nanofiltración, la fracción enriquecida en betaína no está libre por tanto de moléculas grandes, tales como la sacarosa. Para obtener una fracción de betaína pura, la sacarosa se puede separar de la betaína usando una segunda etapa de nanofiltración. La fracción enriquecida en betaína se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en sacarosa se recupera como rechazo de la nanofiltración.

50 La invención también se puede aplicar a la separación del aminoácido prolina de la betaína. Este proceso comprende proporcionar una disolución de partida que comprende betaína y prolina, someter dicha disolución a nanofiltración para obtener una fracción enriquecida en betaína y una fracción enriquecida en prolina, recuperar la fracción enriquecida en betaína y recuperar la fracción enriquecida en prolina. La invención también puede aplicarse

a la separación del aminoácido prolina de un hidrolisato de biomasa o de un extracto de biomasa. En este proceso, dicho hidrolisato de biomasa o extracto de biomasa se somete a nanofiltración y se recupera una fracción enriquecida en prolina.

5 La fracción enriquecida en compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño puede enriquecerse adicionalmente en iones divalentes.

La fracción enriquecida en compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño puede enriquecerse adicionalmente en compuestos con un peso molecular de 1,9 a 4 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño y en compuestos con un peso molecular por encima de 4 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño.

10 Los compuestos que se van a separar son moléculas esencialmente no cargadas.

En relación con la presente invención, los compuestos con un peso molecular grande se refieren a compuestos que tienen un peso molecular por encima de 4 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño, tales como lignosulfonatos. Los compuestos con un peso molecular relativamente grande se refieren a compuestos que tienen un peso molecular de 1,9 a 4 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño, tales como oligosacáridos.

15 En la nanofiltración de la invención, las sustancias iónicas, tales como los iones divalentes, normalmente se dejan en el rechazo. Por lo tanto, en el proceso de la invención las sustancias iónicas se separan simultáneamente de los compuestos de peso molecular pequeño.

20 Los compuestos que se van a separar de acuerdo con el proceso de la invención habitualmente se encuentran presentes en un hidrolisato de biomasa, tal como un licor agotado obtenido de un proceso de pulpación. Los compuestos que se van a separar también pueden estar presentes en un extracto de biomasa, tal como un extracto de pulpa de remolacha azucarera.

25 Un contenido en sustancia seca típico de la disolución de partida es del 3 al 50 % en peso, preferiblemente del 8 al 25 % en peso. El contenido de los compuestos pequeños en la disolución de partida es típicamente del 5 al 95 %, preferiblemente del 15 al 55 %, más preferiblemente del 15 al 40 % y especialmente del 8 al 27 %, en base al contenido en sustancia seca.

El contenido en sustancia seca de la disolución de partida usada como alimento de la nanofiltración preferiblemente es inferior al 30 %.

30 La disolución de partida puede haber sido sometida a una o más etapas de pretratamiento. Las etapas de pretratamiento se seleccionan típicamente entre intercambio iónico, ultrafiltración, cromatografía, concentración, ajuste de pH, filtración, dilución, cristalización y combinaciones de los mismos.

En una realización preferida de la invención, la invención se refiere a un proceso para producir una disolución de xilosa a partir de un hidrolisato de biomasa. El proceso de la invención se caracteriza por nanofiltrar dicho hidrolisato de biomasa y recuperar como permeado una disolución enriquecida en xilosa.

35 El hidrolisato de biomasa útil en la presente invención se obtiene a partir de la hidrólisis de cualquier biomasa, típicamente materia vegetal que contiene xilanos. El hidrolisato de biomasa se puede obtener a partir de la hidrólisis ácida directa de la biomasa, a partir de la hidrólisis enzimática o ácida de un prehidrolisato obtenido a partir de biomasa por prehidrólisis (con vapor o ácido acético, por ejemplo), y a partir de procesos de pulpación de sulfito. La materia vegetal que contiene xilanos incluye madera de diferentes especies, particularmente madera dura, tal como de abedul, álamo y haya, varias partes de grano (tal como paja y cascarillas, particularmente cascarilla de maíz y de cebada y mazorcas de maíz y fibras de maíz), bagazo, cáscaras de coco, pellejos de semillas de algodón, etc.

40 En el proceso de la presente invención se obtiene una disolución de xilosa que presenta un contenido de xilosa de más de 1,1 veces, preferiblemente de más de 1,5 veces, aún más preferiblemente de más de 2,5 veces el correspondiente al hidrolisato de biomasa de partida (en base al contenido de sustancia seca), dependiendo, por ejemplo, del contenido de xilosa y del pH del hidrolisato de biomasa y de la membrana de nanofiltración usada.

45 Típicamente, se obtiene una disolución de xilosa que tiene un contenido de xilosa de más de 1,5 a 2,5 veces el correspondiente al hidrolisato de biomasa de partida (en base al contenido de sustancia seca), dependiendo, por ejemplo del contenido de xilosa y del pH del hidrolisato de biomasa y de la membrana de nanofiltración usada.

50 El hidrolisato de biomasa usada para la recuperación de xilosa de acuerdo con la presente invención es habitualmente un licor agotado obtenido en un proceso de pulpación. El licor agotado es de manera especial un licor de pulpación de sulfito agotado, especialmente un licor de pulpación de sulfito agotado ácido. El licor de pulpación de sulfito agotado se obtiene típicamente a partir de la pulpación de madera dura con sulfitos.

El contenido en sustancia seca del hidrolisato de biomasa de partida, tal como un licor agotado, habitualmente es del

3 al 50 % en peso, preferiblemente del 8 al 25 % en peso.

El contenido de sustancia seca del alimento de nanofiltración típicamente es inferior al 30%.

El hidrolisato de biomasa de partida tiene un contenido típico de xilosa del 5 al 95 %, preferiblemente del 15 al 55 %, más preferiblemente del 15 al 40 % y especialmente del 8 al 27 % en peso, en base al contenido de sustancia seca.

5 El contenido de xilosa del licor agotado que va a ser tratado es típicamente del 10 al 40 % en peso, en base al contenido de sustancia seca. Un licor agotado obtenido directamente de la pulpación de madera dura con sulfitos tiene un contenido de xilosa típico del 10 al 20 %, en base al contenido de sustancia seca.

10 El licor agotado procedente de la pulpación de madera dura con sulfitos también contiene otros monosacáridos en cantidades habitualmente del 10 al 30%, en base al contenido de xilosa. Estos otros monosacáridos incluye, por ejemplo, glucosa, galactosa, ramnosa, arabinosa y manosa. Además, el licor agotado procedente de la pulpación de madera dura con sulfitos incluye típicamente restos de compuestos químicos de pulpación y de productos de reacción de los compuestos químicos de pulpación, lignosulfonatos, oligosacáridos, disacáridos, ácido xilónico, ácidos urónicos, cationes metálicos, tal como cationes de calcio y de magnesio, e iones sulfato y sulfito. El hidrolisato de biomasa usado como materia de partida también contiene restos de los ácidos usados para la hidrólisis de la biomasa.

15 El licor agotado que va a ser tratado típicamente es un licor agotado que contiene xilosa obtenido en un proceso de pulpación. Un licor agotado típico útil en la presente invención es un licor agotado de pulpación de sulfito, que se obtiene preferiblemente en una pulpación con sulfitos ácida. El licor agotado puede obtenerse directamente de la pulpación con sulfitos. También puede ser un licor de pulpación de sulfito concentrado una purga de descarga obtenida de la cocción con sulfitos. También puede ser una fracción que contiene xilosa obtenida cromatográficamente a partir de un licor de pulpación de sulfitos o un permeado obtenido mediante ultrafiltración de un licor de pulpación de sulfito. Además, también es adecuado un licor agotado post-hidrolizado obtenido de la cocción neutra.

20 El licor agotado útil en la presente invención se obtiene preferiblemente a partir de pulpación de madera dura. También sería adecuado un licor agotado obtenido a partir de pulpación de madera blanda, preferiblemente después de haber eliminado las hexosas median, por ejemplo, fermentación.

25 En la presente invención, el licor agotado que va a ser tratado también puede ser cualquier otro licor obtenido de la digestión o hidrólisis de biomasa, típicamente material celulósico con un ácido. Dicho hidrolisato se puede obtener a partir de material celulósico por ejemplo mediante el tratamiento con un ácido inorgánico, tal como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o dióxido de azufre, o mediante tratamiento con un ácido orgánico, tal como ácido fórmico o ácido acético. También se puede usar un licor agotado obtenido por pulpación basada en disolventes, tal como la pulpación basada en etanol.

30 El proceso también puede comprender una o más etapas de pretratamiento. El pretratamiento antes de la nanofiltración se selecciona habitualmente entre intercambio iónico, ultrafiltración, cromatografía, concentración, ajuste del pH, filtración, dilución, y combinaciones de los mismos. Por lo tanto, antes de la nanofiltración el licor de partida es pretratado preferiblemente mediante ultrafiltración o cromatografía, por ejemplo. Además, se puede usar una etapa para eliminar las sustancias sólidas antes de la nanofiltración. El pretratamiento del licor de partida también puede comprender una concentración, por ejemplo mediante evaporación, y una neutralización. El pretratamiento también puede comprender una cristalización, en donde el licor de partida también puede ser un licor madre obtenido a partir de la cristalización de xilosa, por ejemplo.

35 En otra realización preferida de la invención, la invención se refiere a la recuperación de betaína a partir de extracto de biomasa. Una materia de partida típica para la recuperación de betaína es el extracto de pulpa de remolacha azucarera.

40 La nanofiltración para recuperar xilosa se lleva a cabo habitualmente a un pH entre 1 y 7, preferiblemente entre 3 y 6,5, más preferiblemente entre 5 y 6,5. El pH depende de la composición del hidrolisato de biomasa de partida y de la membrana usada para la nanofiltración y de la estabilidad de los azúcares o componentes que se van a recuperar. Si es necesario, se ajusta el pH del licor agotado hasta el valor deseado antes de la nanofiltración. En la realización que se refiere a la recuperación de xilosa de un licor agotado a partir de un proceso de pulpación, se usa preferiblemente el mismo reactivo que en la etapa de pulpación, tal como por ejemplo $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ó MgO .

45 La nanofiltración para recuperar betaína se lleva a cabo normalmente a un pH entre 1 y 12, preferiblemente entre 4 y 11.

La nanofiltración se lleva a cabo normalmente a una presión de 10 a 50 bar, preferiblemente de 15 a 35 bar. Una temperatura de nanofiltración típica es de 5 a 95°C, preferiblemente de 30 a 80°C. La nanofiltración para recuperar

xilosa se lleva a cabo habitualmente a una temperatura de 5 a 95°C, preferiblemente de 30 a 60°C.

La nanofiltración se lleva a cabo habitualmente con un flujo de 10 a 100 L/m²h.

5 La membrana de nanofiltración usada en la presente invención puede seleccionarse entre membranas poliméricas y membranas inorgánicas que tengan una luz de paso de 100 – 2500 g/mol, preferiblemente de 150 a 1000 g/mol, más preferiblemente de 150 a 500 g/mol.

10 Las membranas de nanofiltración poliméricas típicas útiles en la presente invención incluyen, por ejemplo, membranas de sulfona de poliéter, membranas de sulfona de poliéter sulfonadas, membranas de poliéster, membranas de polisulfona, membranas de poliamida aromáticas, membranas de alcohol polivinílico y membranas de polipiperacina, y combinaciones de las mismas. Las membranas de nanofiltración usadas en la presente invención también pueden seleccionarse entre membranas de acetato de celulosa.

Las membranas inorgánicas típicas incluyen membranas de ZrO₂ y Al₂O₃, por ejemplo.

15 Las membranas de nanofiltración preferidas para la recuperación de xilosa se seleccionan entre membranas de polisulfona sulfonadas y membranas de polipiperacina. Por ejemplo, las membranas específicas útiles son: membrana de nanofiltración Desal-5 DK (fabricante Osmonics) y membrana de nanofiltración NF-200 (fabricante Dow Deutschland), por ejemplo.

Las membranas de nanofiltración que son útiles en la presente invención pueden tener una carga negativa o positiva. Las membranas pueden ser membranas iónicas, es decir pueden contener grupos catiónicos o aniónicos, pero incluso las membranas neutras son útiles. Las membranas de nanofiltración pueden seleccionarse entre membranas hidrofóbicas e hidrofílicas.

20 La forma típica de las membranas de nanofiltración es una forma de lámina plana. También se puede seleccionar la configuración de la membrana entre, por ejemplo, tubos, membranas espirales o fibras huecas. También se puede usar membranas de “alta resistencia”, tales como membranas vibrantes o de rotación.

Antes del procedimiento de nanofiltración, las membranas de nanofiltración pueden ser pretratadas con detergentes alcalinos o con etanol, por ejemplo.

25 En una operación de nanofiltración típica, el licor que se va a tratar, tal como un licor agotado, se hace pasar a través de la membrana de nanofiltración usando las condiciones de presión y temperatura descritas anteriormente. Por tanto, el licor se fracciona en una fracción de peso molecular pequeño que incluye la xilosa (permeado) y una fracción de peso molecular alto que incluye los componentes no deseados del licor agotado (rechazo).

30 El equipo de nanofiltración útil en la presente invención comprende al menos un elemento de membrana de nanofiltración que divide el alimento en una sección de rechazo y una sección de permeado. El equipo de nanofiltración también incluye habitualmente los medios necesarios para controlar la presión y el caudal, tal como bombas y válvulas y medidores de caudal y de presión. El equipo también puede incluir varios elementos de membrana de nanofiltración en diferentes combinaciones, dispuestos en paralelo o en serie.

35 El flujo del permeado varía de acuerdo con la presión. En general, en un intervalo de operación normal, cuanto mayor es la presión mayor es el flujo. El flujo también varía con la temperatura. Un aumento de la temperatura de operación aumenta el flujo. Sin embargo, a mayor temperatura y presión se produce un aumento de la tendencia a la rotura de la membrana. Para membranas inorgánicas, se pueden usar mayores temperaturas y presiones y mayores intervalos de pH que para las membranas poliméricas.

40 La nanofiltración de acuerdo con la presente invención se puede llevar a cabo por lotes o cargas o de forma continua. El procedimiento de nanofiltración se puede repetir una vez o varias veces. También se puede realizar una recirculación del permeado y/o del rechazo de vuelta al recipiente de alimentación (filtración en modo de recirculación total).

45 Antes de la nanofiltración, la disolución de partida se puede ajustar a una o más etapas de pretratamiento. Las etapas de pretratamiento se seleccionan entre intercambio iónico, ultrafiltración, cromatografía, concentración, ajuste de pH, filtración, dilución, cristalización y combinaciones de las mismas.

El proceso puede comprender también una o más etapas de post-tratamiento. Las etapas de post-tratamiento se seleccionan normalmente entre intercambio iónico, cristalización, cromatografía, concentración y eliminación del color.

50 Tras la nanofiltración, la xilosa se puede recuperar del permeado, por ejemplo mediante cristalización. La disolución nanofiltrada se puede usar tal cual para la cristalización, sin ninguna etapa de purificación o separación adicional. Si se desea, el licor nanofiltrado que contiene la xilosa se puede someter a una purificación adicional, por ejemplo

mediante cromatografía, intercambio iónico, concentración por evaporación u ósmosis inversa, o eliminación del color. La xilosa también puede someterse a una reducción, por ejemplo mediante hidrogenación catalítica, para obtener xilitol.

5 El proceso también puede comprender una etapa adicional de recuperación como rechazo de una disolución rica en lignosulfonatos, hexosas, oligosacáridos y sales.

En una realización típica de la invención, una disolución enriquecida en pentosas se recupera como permeado y una disolución enriquecida en hexosas se recupera como rechazo. Además, una disolución enriquecida en sales divalentes se obtiene como rechazo.

10 La presente invención también proporciona un método para regular el contenido de xilosa del permeado mediante la regulación del contenido en sustancia seca del hidrolisato de biomasa, tal como un licor agotado.

La invención también se refiere a la disolución de xilosa obtenida mediante la presente invención. Además, la invención se refiere al uso de la disolución de xilosa obtenida de este modo para la preparación de xilitol. El xilitol se obtiene reduciendo el producto de xilosa obtenido, por ejemplo mediante hidrogenación catalítica.

15 Las realizaciones preferidas de la invención se describirán con mayor detalles en los ejemplos siguientes, que no pretenden limitar el alcance de la invención.

En los ejemplos, y a lo largo de la especificación y de las reivindicaciones, se han usado las siguientes definiciones:

DS se refiere al contenido en sustancia seca (del inglés "dry substance") medido mediante valoración Karl Fischer, expresado como % en peso.

RDS se refiere al contenido en sustancia seca refractométrica, expresado como % en peso.

20 Flujo se refiere a la cantidad (litros) de la disolución que permea a través de la membrana de nanofiltración durante una hora calculada para un metro cuadrado de superficie de membrana, L/m²·h.

Ensuciamiento se refiere a la diferencia porcentual en los valores de flujo de agua pura medidos antes y después de la nanofiltración:

$$\text{Ensuciamiento (\%)} = [(PWFb - PWFa) / PWFb] \times 100$$

25 en donde PWFb es el flujo de agua pura antes de la nanofiltración de la disolución de xilosa y PWFa es el flujo de agua pura después de la nanofiltración de la disolución de xilosa a la misma presión.

Retención se refiere a la proporción del compuesto medido retenido por la membrana. Cuanto mayor es el valor de retención, menor es la cantidad de compuesto transferida a través de la membrana:

$$\text{Retención (\%)} = [(\text{Alimento} - \text{Permeado}) / \text{Alimento}] \times 100$$

30 en donde "Alimento" se refiere a la concentración del compuesto en la disolución de alimentación (expresada, por ejemplo, en g/L) y "Permeado" se refiere a la concentración del compuesto en la disolución de permeado (expresada, por ejemplo, en g/L).

HPLC se refiere a cromatografía líquida.

En los ejemplos se usaron las siguientes membranas:

- 35
- Desal-5 K (una membrana de cuatro capas que consisten en una capa de poliéster, una capa de polisulfona y dos capas propietarias, que tiene una luz de paso de 150 a 300 g/mol, permeabilidad (25°C) de 5,4 L/(m²·h·bar), retención de MgSO₄ de 96% (2 g/L), fabricante Osmonics).
 - NTR-7450 (una membrana de polietersulfona sulfonada que tiene una luz de paso de 500 a 1000 g/mol, permeabilidad (25°C) de 9,4 L/(m²·h·bar), retención de NaCl de 51% (5 g/L), fabricante Nitto Denko).
- 40
- NF-200 (una membrana de polipiperacina que tiene una luz de paso de 200 g/mol, permeabilidad (25°C) de 7 - 8 L/(m²·h·bar), retención de NaCl de 70%, Dow Deutschland).
 - TS-80 (fabricante Trisep).
 - ATF-60 (fabricante PTI Advanced Filtration Inc.).
 - Desal AG (fabricante Osmonics).

- Desal G10 (una membrana de capa fina de material de poliamida aromática/polisulfona que tiene una luz de paso de 2500 g/mol, una permeabilidad (25°C) de 3,4 L/(m²·h·bar), una retención de NaCl del 10%, una retención de dextrano (1500 g/mL) del 95%, una retención de glucosa del 50%, fabricante Osmonics).
- 5 - ASP 10 (una membrana que consiste en polisulfona sulfonada sobre polisulfona, que tiene una permeabilidad (25°C) de 40 L/(m²·h·bar), una retención de NaCl del 10%, fabricante Advanced Membrane Technology).
- TS 40 (una membrana que consiste completamente en poliamida aromática, que tiene una permeabilidad (25°C) de 5,6 L/(m²·h·bar), fabricante TriSep).
- 10 - ASP 20 (una membrana que consiste en polisulfona sulfonada sobre polisulfona, que tiene una permeabilidad (25°C) de 12,5 L/(m²·h·bar), una retención de NaCl del 20%, fabricante Advanced Membrane Technology).
- UF-PES-4H (una membrana que consiste en polietersulfona sobre polipropileno, que tiene una luz de paso de aproximadamente 4000 g/mol, una permeabilidad (25°C) de 7 a 17 L/(m²·h·bar), fabricante Hoechst).
- 15 - NF-PES-10 (una membrana de polietersulfona, que tiene una luz de paso de 1000 g/mol, una permeabilidad (25°C) de 5 a 11 L/(m²·h·bar), una retención de NaCl inferior al 15% (5 g/L), fabricante Hoechst).
- NF45 (una membrana que consiste en poliamida aromática, que tiene una permeabilidad (25°C) de 4,8 L/(m²·h·bar), una retención de NaCl de 45 %, fabricante Dow Deutschland).
- 20

EJEMPLO I

Separación de xilosa a partir de un licor de pulpación de sulfito agotado usando varias membranas de nanofiltración a diferentes valores de pH.

25 Este ejemplo ilustra el efecto de la membrana y el pH sobre la eficacia de la nanofiltración (filtraciones C1, C3, C6 y C8) en la separación de xilosa. El licor tratado era una purga diluida de la cristalización de licor agotado de pulpación de sulfito basada en Mg obtenido en una pulpación de madera de haya, que había sido purificada cromatográficamente usando una resina de intercambio iónico en forma de Mg²⁺. El pH de la disolución se ajustó al valor deseado (véase la Tabla I) con MgO. Antes de la nanofiltración, el licor se pretrató mediante dilución (filtraciones C1 y C3), mediante filtración a través de papel de filtro (filtración C6) o con dosificación de MgO combinada con filtración a través de un papel de filtro (filtraciones C7 y C8).

30

Se llevó a cabo una nanofiltración en modo por cargas usando un equipo de nanofiltración de laboratorio que consistía en módulos de láminas planas de flujo transversal rectangulares con un área de membrana de 0,0046 m². Tanto el permeado como el rechazo se recircularon de vuelta al depósito de alimentación (filtración en modo de recirculación total). El volumen de alimento fue de 20 litros. Durante la filtración, la velocidad de flujo transversal fue de 6 m/s y la presión fue de 18 bar. La temperatura se mantuvo en 40°C.

35

La Tabla I presenta los resultados de las filtraciones en modo de recirculación total. Los valores de flujo de la Tabla I se midieron después de 3 horas de filtración. La Tabla I muestra el contenido en sustancia seca (DS) del alimento (%), el contenido en xilosa del alimento y del permeado (en base al contenido en sustancia seca), el flujo de permeado a una presión de 18 bar y la reducción de flujo causada por el ensuciamiento. Las membranas fueron una Desal-5 DK y una NTR-7450.

40

TABLA I

Filtración Nº, membrana	pH	DS en el alimento %p/p	Xilosa en el alimento % de DS	Xilosa en el permeado % de RDS	Flujo L/(m ² ·h)	Ensuciamiento %
C1, Desal-5 DK	3,4	8,1	22,6	27,4	31	1
C6*, Desal-5 DK	3,4	9,7	20,3	33,5	23	1
C7*, Desal-5 DK	5,9	8,2	21,7	55,2	58	3
C3, NTR-7450	3,4	7,6	24,3	29,9	25	29
C8, NTR-7450	6,1	8,3	21,8	34,5	43	25
C8, Desal-5 DK	6,1	8,3	21,8	45	30	1

* Valor promedio de dos membranas.

5 Los resultados de la Tabla I demuestran que la nanofiltración proporciona concentraciones de xilosa de 1,5 a 2,5 veces la del alimento. Cuando el pH del alimento es elevado, el contenido de xilosa referido a RDS en el permeado es elevado. El contenido de xilosa referido a RDS en el permeado es elevado por ejemplo cuando el pH es 5,9 ó 6,1. Además, el flujo mejoró hasta duplicarse a valores de pH más altos. La membrana Desal-5 DK a un elevado pH proporcionó los mejores resultados.

EJEMPLO II

Separación de xilosa a diferentes temperaturas.

10 El efecto de la temperatura se estudió usando el mismo equipo y la misma disolución de licor agotado del Ejemplo I. La temperatura durante la nanofiltración se elevó de 25°C a 55°C. La membrana fue la Desal-5 DK, y las condiciones de nanofiltración fueron las siguientes: pH 3,4, presión 16 bar, velocidad de flujo transversal 6 m/s, DS 7,8 %. La concentración del alimento y la presión se mantuvieron constantes durante el experimento.

15 La Tabla II muestra los contenidos de xilosa en el alimento y en el permeado, en base al contenido de sustancia seca (los valores del permeado son los valores promedio de dos membranas).

TABLA II

Temperatura, °C	Xilosa en el alimento, % de DS	Xilosa en el permeado, % de RDS
25	24,5	23,8
40	24,5	29,9
55	24,6	34,6

Los resultados de la Tabla II demuestran que cuanto mayor es la temperatura, mayores concentraciones de xilosa se pueden obtener.

EJEMPLO III

Separación de xilosa usando ultrafiltración como pretratamiento.

(A) Pretratamiento con ultrafiltración

5 Se llevaron a cabo las ultrafiltración DU1 y DU2 en modo concentración usando un filtro RE (filtro mejorado con rotación). En este filtro, el álabe rota cerca de la superficie de la membrana minimizando la polarización por concentración durante la filtración. El filtro era un filtro de rotación transversal fabricado domésticamente. La velocidad del rotor fue de 700 rpm. En la filtración DU1, la membrana fue C5F UF (una membrana de celulosa regenerada que tiene una luz de paso de 5000 g/mol, fabricante Hoechst/Celgard). En la filtración DU2, la membrana fue una Desal G10 (una membrana de capa fina que tiene una luz de paso de 2500 g/mol, fabricante Osmonics/Desal).

10 Las filtraciones en modo concentración se realizaron usando un licor agotado de pulpación de sulfito basada en Mg obtenido de pulpación de madera de haya. La filtración se llevó a cabo a una temperatura de 35°C y a un pH de 3,6. Los resultados se presentan en la Tabla IIIa.

TABLA IIIa

Filtración Nº	Membrana	DS en alimento %	Tiempo de filtración	Xilosa en alimento % de DS	Xilosa en permeado % de RDS
DU1	C5F	14,4	1 hora	16,3	23,2
DU1	C5F	22,0	23 horas	9,2	20,0
DU2	Desal G10	12,2	3 días	12,7	41,6

15 (B) Nanofiltración

Se llevó a cabo un experimento a escala de laboratorio con una duración de un día, en donde se recogió el permeado, con el mismo equipo del Ejemplo 1 (filtraciones DN1 y DN2). El licor a tratar fue un licor agotado de sulfito basado en Mg obtenido de la pulpación de madera de haya.

20 En la filtración DN1, el licor agotado ultrafiltrado (DU1 usando una membrana C5F) se empleó como disolución de alimento. El pH de la disolución se ajustó a 4,5 usando MgO, y el licor se prefiltró a través de un papel de filtro antes de la nanofiltración. La nanofiltración se llevó a cabo a una presión de 19 bar y a una temperatura de 40°C.

25 La filtración DN2 se llevó a cabo usando el licor agotado original diluido. Su pH se había ajustado a 4,8 y la disolución se prefiltró a través de papel de filtro antes de la nanofiltración. La nanofiltración se llevó a cabo a una presión de 17 bar y a una temperatura de 40°C. Tras aproximadamente 20 horas de filtración, se obtuvo un volumen de permeado de 5 litros y un volumen de concentrado de 20 litros.

Ambas filtraciones, DN1 y DN2, se llevaron a cabo con una velocidad de flujo transversal de 6 m/s. El ensuciamiento fue de aproximadamente 1% en ambas filtraciones. La membrana de nanofiltración fue la Desal-5 DK.

30 En cada una de las filtraciones DN1 y DN2, la membrana de nanofiltración se pretrató de tres formas diferentes: (1) sin pretratamiento, (2) lavado de la membrana con etanol, y (3) lavado de la membrana con un detergente alcalino.

Los resultados se muestran en la Tabla IIIb:

TABLA IIIb

Filtración	pH	DS en alimento %	Xilosa en alimento % de DS	Xilosa en permeado % de RDS (1)/(2)/(3)	Flujo L/(m ² ·h) a las 20 horas
DN1	4,5	10,7	21,1	24/35/49	14 (19 bar)
DN2	4,6	12,3	16,8	N.A.*/35/34	22/32 (17/19 bar)

* (N.A. = no analizado)

5 Los resultados de la Tabla IIIb demuestran que la proporción de xilosa en los sólidos secos del permeado obtenido tras la nanofiltración se vio algo afectada cuando se usó ultrafiltración como etapa de pretratamiento. Por otro lado, el lavado de la membrana con etanol o con un detergente alcalino aumentó el contenido de xilosa considerablemente.

EJEMPLO IV

Separación de xilosa a diferentes temperaturas.

10 El experimento DS1 se llevó a cabo usando el equipo de filtración DSS Labstak® M20 operando en modo de filtración de recirculación total (fabricante Danish Separation Systems AS, Dinamarca). El licor tratado fue el mismo del Ejemplo III. La temperatura fue de 35°C y el caudal 4,6 L/min. La membrana fue la Desal-5 DK. Antes de los experimentos, se ajustó el pH del licor agotado en 4,5 y el licor se prefiltró a través de un papel de filtro.

Los resultados se muestran en la Tabla IVa.

TABLA IVa

Filtración	Presión	DS en alimento %	Xilosa en alimento % de DS	Xilosa en permeado % de RDS	Flujo L/(m ² ·h)
DS1	22 bar	11,4	17,3	24,5	18
	35 bar	12,1	16,5	20,9	42

15 Se realizaron experimentos adicionales (filtraciones DV1 y DV2) usando un filtro VOSEP (fabricante New Logic), que es un filtro de alta resistencia. Su eficacia se basa en el movimiento vibratorio que provoca una elevada fuerza de cizalla sobre la superficie de la membrana. En la filtración DV1, la concentración del alimento se ha aumentado durante la filtración añadiendo nuevo alimento concentrado al depósito. La presión se aumentó a la misma vez. La Tabla IVb muestra el contenido de xilosa basado en el contenido de sólido seco en el alimento y en el permeado para dos concentraciones de sólido seco del alimento.

20

TABLA IVb

Filtración	DS en alimento %	Presión bar	Xilosa en alimento % de DS	Xilosa en permeado % de RDS	Flujo L/(m ² ·h)
DV1	11	21	16	20	75
DV2	21	35	16	42	22

Se puede observar en los resultados de las Tablas IVa y IVb que un aumento simultáneo de la presión de nanofiltración y del contenido en sustancia seca en el alimento produce un incremento del contenido de xilosa en el permeado.

EJEMPLO V

5 Separación de xilosa a diferentes valores de sólidos secos en el alimento

El licor tratado fue un licor ultrafiltrado procedente de la filtración DU2 del Ejemplo III (la ultrafiltración se había llevado a cabo con la membrana Desal G10 de Osmonics/Desal). La nanofiltración se llevó a cabo a una presión de 30 bar, una temperatura de 35°C y un pH de 5,3. Las membranas de nanofiltración fueron Desal-5 DK, Desal-5 DL y NF 200.

10 El efecto del contenido en sólido seco del alimento sobre la eficacia de la membrana se presenta en la Tabla V.

TABLA V

DS en alimento %	Xilosa en alimento % de DS	Xilosa en el permeado, % de DS		
		Desal-5 DK	Desal-5 DL	NF 200
5,6	33,2	31	26	42
10,3	32,5	42	35	60
18,5	29,8	69	65	64

15 Con fines comparativos, se analizaron los contenidos de otros carbohidratos (además de la xilosa), oligosacáridos, ácido xilónico, cationes metálicos (Ca^{2+} y Mg^{2+}), así como iones sulfito y sulfato en muestras extraídas de una ultrafiltración en modo concentración (DS4) a tres concentraciones diferentes (muestras de alimento) y a partir de los correspondientes permeados obtenidos de la nanofiltración con tres membranas de nanofiltración diferentes (muestras de permeado).

20 Los resultados se presentan en la Tabla Va. En la Tabla Va, las muestras A, B y C se refieren a muestras tomadas del alimento (licor ultrafiltrado con membrana Desal G10) en una filtración en modo concentración para tres contenidos de sustancia seca (DS) diferentes de 5,6, 10,3 y 18,5, las muestras D, E y F se refieren a las correspondientes muestras tomadas del permeado obtenido de la nanofiltración con una membrana Desal-5 DK, las muestras G, H e I se refieren a las muestras correspondientes tomadas del permeado obtenido por nanofiltración con una membrana Desal-5 DL, y las muestras J, K y L se refieren a las correspondientes muestras tomadas del permeado obtenido por nanofiltración con una membrana NF 200.

25 En la Tabla Va, los contenidos de carbohidratos se analizaron usando HPLC con una columna de intercambio iónico en forma Pb^{2+} y con detección por IR (índice de refracción), los disacáridos se analizaron usando HPLC con una columna de intercambio iónico con Na^{+} y los contenidos de ácido xilónico se analizaron usando HPLC con una columna de intercambio aniónico y detección PED.

30 Además, la Tabla Vb muestra los contenidos de carbohidrato y otros resultados analíticos del líquido alimento para un contenido de sustancia seca del 18,5% (muestra C anterior) y de las correspondientes muestras de permeado (muestras F, I y L anteriores) (con ultrafiltración como etapa de pretratamiento; condiciones de nanofiltración: 35°C, 30 bar, pH 5,3, DS en el alimento 18,5%, DSS LabStak® M20).

TABLA Va

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
	DS4.	DS4.	DS4.	DS4.								
	S1	S2	S3	DK1	DK2	DK3	DL1	DL2	DL3	NF1	NF2	NF3
Carbohidratos, % de DS												
- glucosa	3,0	3,8	3,9	1	1,4	2,8	1	1	1,9	2	3	3,9
- xilosa	33,2	32,5	29,8	31	42	69	26	35	65	42	60	64,0
- galactosa + ramnosa	1,9	1,9	1,9	0,7	1,0	1,6	0,7	0,9	1,5	1	1,5	2,1
- arabinosa	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,6	n.a.	0,3	0,7	0,5	0,6	0,5
- manosa	3,2	3,2	3,3	1	1,5	2,7	1	1,5	2,6	2	3	3,2
Disacáridos, % de DS	0,5	0,5	0,5	n.d.	0,2	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	n.d.	n.d.	n.d.
Ácido xilónico, % de DS	11,5	11,6	12,7	5	5	4	5	5	5	5	5	4,1
Metales (ICP), % de DS												
- Ca	0,12	0,11	0,11	0,7	0,4	0,1	0,7	0,5	0,1	0,4	0,3	0,1
- Mg	2,1	4,0	4,6	0,5	0,4	0,04	0,9	0,9	0,0,63	2,1	2,6	2,5
Sulfitos (Cl), % de DS	0,51	0,62	0,59	0,4	0,3	0,5	0,5	0,4	0,5	0,3	0,6	0,9
Sulfatos (Cl), % de DS	2,9	3,2	3,8	0,2	0,2	0,1	1	0,8		0,6	0,5	0,4

n.a. = no analizado

n.d. = no detectado

TABLA Vb

	Alimento	Permeado		
	Permeado UF (muestra C)	Desal-5 DK (muestra F)	Desal-5 DL (muestra I)	NF-200 (muestra L)
pH	5,4	4,8	4,9	5,2
Conductividad, mS/cm	13,1	2,2	2,8	4,5
Color I	99300	7050	12200	7540
UV 280 nm, 1/cm	350	17	16	18
Xilosa, % de DS	29,8	69,0	65,0	64,0
Glucosa, % de DS	3,9	2,8	1,9	3,9
Ácido xilónico, % de DS	12,7	4,0	5	4,1
Mg 2+, % de DS	4,6	0,04	0,3	2,5
SO42-, % de DS	3,8	0,1	0,5	0,4

Las Tablas Va y Vb demuestra que la nanofiltración concentra de forma eficaz pentosas, tales como la xilosa y la arabinosa, en el permeado, a la vez que elimina una cantidad esencial de disacáridos, ácido xilónico, iones magnesio y sulfato de la disolución de xilosa. Las hexosas, tal como la glucosa, la galactosa, la ramnosa y la manosa no se vieron concentradas en el permeado.

- 5 Por tanto, se puede aumentar la pureza de las disoluciones de forma eficaz mediante la nanofiltración. Además, la nanofiltración desmineraliza el licor agotado a través de la eliminación del 98% de los iones divalentes.

EJEMPLO VI

Separación de xilitol y sorbitol.

- 10 Este ejemplo ilustra la separación de xilitol y sorbitol con nanofiltración a partir de una disolución de alimento que contiene ambos compuestos. La nanofiltración se lleva a cabo con un filtro DSS Labstak M20 usando una velocidad de flujo transversal de aproximadamente 0,6 m/s, una temperatura de 50°C, una presión de 18 bar y un pH en el intervalo de 7 a 8. Las membranas de nanofiltración fueron una Desal-5 DK, una Desal-5 DL y una TS-80. La nanofiltración se llevó a cabo en dos etapas: primero una filtración por cargas en modo concentración hasta una reducción de volumen del 50%, seguido de una diafiltración a volumen de alimentación constante de tal modo que se obtiene la misma cantidad de permeado que de volumen de alimentación había al inicio de la diafiltración. En 15 ambas etapas de nanofiltración (filtración por cargas en modo concentración y diafiltración), el concentrado se recirculó de vuelta al alimento. El RDS del alimento de la primera etapa de nanofiltración (Alimento 1) fue de 10,4 g/100 g. El RDS del alimento de la segunda etapa (Alimento 3, al final de la diafiltración) fue de 10,6 g/100 g. La Tabla VI presenta los contenidos de xilitol y sorbitol (en % de RDS) así como la relación de xilitol a sorbitol en los dos alimentos (Alimento 1 y Alimento 3) y en los permeados de nanofiltración obtenidos a partir de las 20 nanofiltraciones de cada alimento con las tres membranas diferentes.

TABLA VI

	Xilitol, % de RDS	Sorbitol, % de RDS	Relación xilitol/sorbitol
Alimento 1	59	39	1,5
Desal-5 DK-1	70	26	2,7
Desal-5 DL-1	69	30	2,3
TS-80-1	73	28	2,6
Alimento 3	52	46	1,1
Desal-5 DK-3	65	31	2,1
Desal-5 DL-3	62	35	1,8
TS-80-3	71	30	2,4

- 25 El xilitol (152,15 g/mol) se permea más preferiblemente que el sorbitol (182,17 g/mol). El xilitol se ve enriquecido en el permeado de la nanofiltración y por tanto puede separarse del sorbitol, que permanece en el rechazo de la nanofiltración.

EJEMPLO VII

Separación de arabinosa y ramnosa.

- 30 Este ejemplo ilustra la separación de arabinosa y ramnosa a partir de una disolución de alimento que tiene un DS de aproximadamente 10% y que contiene un 60% de arabinosa sobre DS y un 40% de ramnosa sobre DS. La nanofiltración se llevó a cabo con un filtro DSS Labstack M20 usando una velocidad de flujo transversal de aproximadamente 0,6 m/s, una temperatura de 50°C, una presión de 21 bar y un pH de 7. Las membranas de nanofiltración fueron ATF-60, Desal-5 DK, Desal-5 DL y TS-80. La nanofiltración se llevó a cabo en dos etapas: en primer lugar una filtración por cargas en modo concentración hasta una reducción de volumen del 50%, seguida de 35 una diafiltración a volumen de alimento constante hasta que se obtenga la misma cantidad de permeado que de volumen de alimento había al principio de la diafiltración. En ambas etapas de la nanofiltración (filtración por cargas en modo concentración y diafiltración), el concentrado se recirculó de vuelta al alimento. La Tabla VII presenta la relación de arabinosa a ramnosa en el alimento y en los permeados de nanofiltración obtenidos de las

nanofiltraciones realizadas con cuatro membranas diferentes.

TABLA VII

	Relación arabinosa/ramnosa al inicio de la nanofiltración	Relación arabinosa/ramnosa al final de la diafiltración
Alimento	1,5	1,1
ATF-60	2,8	2,2
Desal-5 DK	2,7	2,1
Desal-5 DL	2,3	1,7
TS-80	2,1	1,7

- 5 La relación de arabinosa (150,13 g/mol) a ramnosa (164,16 g/mol) fue aproximadamente dos veces superior en el permeado que en el alimento. La arabinosa como azúcar de pentosa se ve enriquecida en el permeado de la nanofiltración y por tanto puede separarse de la ramnosa (azúcar de hexosa), que permanece en el rechazo de la nanofiltración.

EJEMPLO VIII

Separación de betaína de eritritol y glicerol.

- 10 Este ejemplo ilustra la separación de betaína de eritritol y glicerol. La disolución de alimento con un DS del 9% contenía betaína en una cantidad de 20,5 g/L, eritritol en una cantidad de 24 g/L y glicerol en una cantidad de 45,3 g/L. La nanofiltración se llevó a cabo con un filtro DSS Labstack M20 usando una velocidad de flujo transversal de aproximadamente 0,6 m/s, una temperatura de 70°C, una presión de 17 bar y un pH de 7,3. Las membranas de nanofiltración fueron una Desal AG, una NF45, una Desal-5 DL y una Desal-5 DK. Los resultados de la nanofiltración se presentan en la Tabla VIII.
- 15

TABLA VIII

	Retención de betaína, %	Retención de eritritol, %	Retención de glicerol, %
Desal AG	61	52	22
NF 45	93	26	9
Desal-5 DL	89	17	4
Desal-5 DK	94	25	6

Por tanto, la retención de betaína (117,15 g/mol) fue significativamente superior que la retención de eritritol (122,12 g/mol) y de glicerol (92,09 g/mol).

EJEMPLO IX

Separación de betaína de glucosa, inositol y eritritol.

- 25 Este ejemplo ilustra la separación de betaína de glucosa, inositol y eritritol. La disolución de alimento original presentaba un RDS de 8,8 g/100 g y contenía los cuatro compuestos en una cantidad igual del 20% sobre DS. La nanofiltración se llevó a cabo con un filtro DSS Labstack M20 usando una velocidad de flujo transversal de aproximadamente 0,6 m/s, una temperatura de 70°C, una presión de 18 bar y un pH de 6,9. Las membranas de nanofiltración fueron una Desal-5 DK y una Desal-5 DL. La nanofiltración se llevó a cabo en dos etapas: en primer lugar una filtración por cargas en modo concentración hasta una reducción de volumen del 50%, seguida de una diafiltración a volumen de alimento constante hasta que se obtenga la misma cantidad de permeado que de volumen de alimento había al principio de la diafiltración. La Tabla IX muestra los contenidos de cada compuesto en el alimento y las retenciones (%) de cada compuesto tras la etapa de diafiltración.
- 30

TABLA IX

	Glucosa	Inositol	Eritritol	Betaína
Alimento, g/L	19,0	26,4	6,9	28,6
Desal-5 DK	73%	82%	12%	91%
Desal-5 DL	57%	71%	6%	85%

La retención de la betaína (117,15 g/mol) superó el 90%. La separación de betaína de eritritol (122,12 g/mol) fue muy evidente, aunque la diferencia en sus pesos moleculares es muy pequeña.

5 **EJEMPLO X**

Separación de betaína de glucosa e inositol.

10 Este ejemplo ilustra la separación de betaína de glucosa e inositol usando una membrana de nanofiltración NTR-7450. La disolución alimento original tenía un RDS de 8,8 g/100 g y contenía los tres compuestos en una cantidad igual del 20% sobre DS. La nanofiltración se llevó a cabo con un filtro DSS Labstack M20 usando una velocidad de flujo transversal de aproximadamente 0,6 m/s, una temperatura de 70°C, una presión de 18 bar y un pH de 6,9. La nanofiltración se llevó a cabo en dos etapas: en primer lugar una filtración por cargas en modo concentración hasta una reducción de volumen del 50%, seguida de una diafiltración a volumen de alimento constante hasta que se obtenga la misma cantidad de permeado que de volumen de alimento había al principio de la diafiltración. La Tabla X muestra las retenciones (%) y las composiciones del alimento (g/L) después de la etapa de diafiltración.

15 **TABLA X**

	Glucosa	Inositol	Betaína
Alimento, g/L	19,0	26,4	28,6
NTR-7450	46%	41%	10%

La membrana NTR-7450 no retuvo betaína y la retención de glucosa e inositol fue mejor que la retención de betaína. Por tanto, la betaína se enriqueció en el permeado de nanofiltración.

20 **EJEMPLO XI**

Separación de aminoácidos y betaína.

25 Este ejemplo ilustra la separación de aminoácidos (serina y prolina) de betaína usando membranas Desal-5 DL y Desal-5 DK. La disolución de alimento contenía betaína y aminoácidos y tenía un DS en el intervalo de 2,6 a 3,0 g/100 g. La nanofiltración se llevó a cabo usando una velocidad de flujo transversal de aproximadamente 0,6 m/s, una temperatura de 70°C, una presión de 16 bar a 25 bar y un pH de aproximadamente 10. Los resultados, expresados como retenciones promedio, se presentan en la Tabla XI.

TABLA XI

Retención media	Serina	Prolina	Betaína
Desal-5 DL	71%	35%	70%
Desal-5 DK	76%	46%	78%

Por lo tanto, la prolina se separa claramente de la betaína y la serina.

30 La anterior discusión general y los anteriores ejemplos experimentales solo pretenden ilustrar la presente invención, y no deben considerarse como limitantes. Dentro del espíritu y el alcance de esta invención otras variaciones son posibles y resultarán evidentes por sí mismas para los especialistas en la técnica.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un proceso para separar compuestos con un peso molecular pequeño de otros compuestos que tienen un peso molecular superior al de los compuestos con peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño, que se caracteriza por
- 5 proporcionar una disolución de partida que comprende compuestos con un peso molecular pequeño y compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño,
- 10 someter dicha disolución a nanofiltración para obtener una fracción enriquecida en compuestos con un peso molecular pequeño y una fracción enriquecida en compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño,
- 15 recuperar la fracción enriquecida en compuestos de peso molecular pequeño, y
opcionalmente recuperar la fracción enriquecida en compuestos de peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño,
- 20 en donde los compuestos de peso molecular pequeño tienen un peso molecular de hasta 250 g/mol, y los compuestos con un peso molecular inferior a 1,9 veces pero superior al de los compuestos de peso molecular pequeño tienen un peso molecular de 475 g/mol, y
- en donde los compuestos que se van a separar unos de los otros se seleccionan de los siguientes (el(los) primer(os) compuesto(s) de cada caso es(son) un(os) compuesto(s) con un peso molecular inferior a 1,9 veces pero superior al de los compuestos de peso molecular pequeño):
- 1) los azúcares de pentosa seleccionados entre xilosa y arabinosa se separan de azúcares de hexosa seleccionados entre glucosa, galactosa, ramnosa y manosa,
- 2) el xilitol se separa del sorbitol,
- 25 3) la betaína se separa del eritritol,
- 4) el glicerol se separa de la betaína,
- 5) la betaína se separa de la glucosa,
- 6) la betaína se separa de inositol,
- 7) el eritritol se separa del inositol,
- 30 8) el eritritol se separa de la glucosa,
- 9) la prolina se separa de la betaína, y
- 10) los azúcares de pentosa seleccionados entre xilosa y arabinosa se separan del ácido xilónico.
- 2.- Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, que se caracteriza porque los compuestos de peso molecular pequeño tienen un peso molecular de hasta 200 g/mol.
- 35 3.- Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1 ó 2, que se caracteriza porque los compuestos que tienen un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño tienen un peso molecular de hasta 1,5 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño.
- 40 4.- Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos que tienen un peso molecular pequeño tiene un contenido de los mismos de más de 1,1 veces, preferiblemente de más 1,5 veces, más preferiblemente de más de 2,5 veces y aún más preferiblemente de más de 3,5 veces el de la disolución de partida, referido al contenido de sustancia seca.
- 45 5.- Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 4, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos que tienen un peso molecular pequeño tiene un contenido de los mismos de más de 1,5 a 3,5 veces el de la disolución de partida, referido a contenido de sustancia seca.

- 6.- Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos de peso molecular pequeño se recupera como permeado de nanofiltración.
- 5 7.- Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 6, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se recupera como rechazo de nanofiltración.
- 8.- Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular pequeño se recupera como rechazo de nanofiltración.
- 10 9.- Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 8, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se recupera como permeado de la nanofiltración.
- 15 10.-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos de peso molecular pequeño seleccionados de azúcares de pentosa se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño seleccionados de azúcares de hexosa se recupera como rechazo de la nanofiltración.
- 20 11.-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular pequeño seleccionados de xilitol se recupera como permeado de la nanofiltración y la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño seleccionados de sorbitol se recupera como rechazo de la nanofiltración.
- 25 12.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la disolución de partida comprende un hidrolisato de biomasa o un extracto de biomasa.
- 30 13.-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos de peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se enriquece adicionalmente en iones divalentes.
- 35 14.-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 13, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en los compuestos con un peso molecular superior al de los compuestos con un peso molecular pequeño pero inferior a 1,9 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño se enriquece adicionalmente en compuestos con un peso molecular de 1,9 a 4 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño, y en compuestos con un peso molecular de más de 4 veces el de los compuestos de peso molecular pequeño.
- 40 15.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la disolución de partida ha sido sometida a una o más etapas de pretratamiento.
- 45 16.-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 15, que se caracteriza porque las etapas de pretratamiento se seleccionan entre intercambio iónico, ultrafiltración, cromatografía, concentración, ajuste de pH, filtración, dilución, cristalización y combinaciones de las mismas.
- 50 17.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la disolución de partida tiene un contenido en sustancia seca entre el 3 y el 50% en peso, preferiblemente entre el 8 y el 25% en peso.
- 18.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la disolución de partida tiene un contenido de los compuestos de peso molecular pequeño de entre 5 y 95%, preferiblemente entre 15 y 55%, más preferiblemente entre 15 y 40% y especialmente entre 8 y 27%, referido al contenido de sustancia seca.
- 19.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la disolución de partida usada como alimento de la nanofiltración tiene un contenido de sustancia seca inferior al 30% en peso.
- 20.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la nanofiltración se lleva a cabo a una presión de entre 10 y 50 bares, preferiblemente de entre 15 y 35 bares.
- 21.-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza

porque la nanofiltración se lleva a cabo con un flujo de entre 2 y 100 litros/m²h, preferiblemente de entre 10 y 60 litros/m²h.

- 5 **22.**-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que se caracteriza porque la nanofiltración se lleva a cabo usando una membrana de nanofiltración seleccionada entre membranas poliméricas y membranas inorgánicas que tienen una luz de paso de entre 100 y 2500 g/mol.
- 23.**-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 22, que se caracteriza porque la luz de paso de la membrana de nanofiltración es de 150 a 1000 g/mol.
- 24.**-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 23, que se caracteriza porque la luz de paso de la membrana de nanofiltración es de 150 a 500 g/mol.
- 10 **25.**-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 y 13 a 24 para separar betaína de un extracto de biomasa, que se caracteriza por someter a dicho extracto de biomasa a nanofiltración y por recuperar una fracción enriquecida en betaína.
- 26.**-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 25, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en betaína se recupera como permeado de la nanofiltración.
- 15 **27.**-Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 25, que se caracteriza porque la fracción enriquecida en betaína se recupera como rechazo de la nanofiltración.
- 28.**-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 27, que se caracteriza porque el extracto de biomasa se extracto de pulpa de remolacha azucarera.
- 20 **29.**-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 y 13 a 24 para separar prolina de betaína, que se caracteriza por
- proporcionar una disolución de partida que comprende betaína y prolina,
 - someter a dicha disolución a nanofiltración para obtener una fracción enriquecida en betaína y una fracción enriquecida en prolina,
 - recuperar la fracción enriquecida en betaína, y
- 25 recuperar la fracción enriquecida en prolina.
- 30.**-Un proceso como el reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 y 13 a 24 para separar prolina de un hidrolisato de biomasa o un extracto de biomasa, que se caracteriza por someter a dicho hidrolisato de biomasa o a dicho extracto de biomasa a nanofiltración y recuperar una fracción enriquecida en prolina.