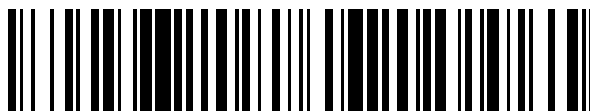


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 508 642**

51 Int. Cl.:

B01D 15/18 (2006.01)

C13K 13/00 (2006.01)

C13B 35/06 (2011.01)

C07C 229/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.03.2011** **E 11762075 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.08.2014** **EP 2555844**

54 Título: **Procedimiento de separación**

30 Prioridad:

28.05.2010 US 349307 P

30.03.2010 US 318950 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.10.2014

73 Titular/es:

DUPONT NUTRITION BIOSCIENCES APS
(100.0%)

Langebrogade 1, P.O. Box 17
1001 Copenhagen K, DK

72 Inventor/es:

AIRAKSINEN, JYRKI;
PAANANEN, HANNU;
LEWANDOWSKI, JARI y
LAIHO, KARI

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 508 642 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

Campo de la invención

La invención se refiere al campo de separación cromatográfica y especialmente al fraccionamiento cromatográfico de disoluciones que contienen azúcar, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar y/o betaína por métodos cromatográficos multiperfil de lecho móvil simulado (SMB) secuencial. Las disoluciones son típicamente extractos e hidrolizados multicomponente basados en plantas y sus derivados, tales como disoluciones basadas en remolacha azucarera o hidrolizados de plantas que contienen xilosa. El procedimiento de SMB multiperfil de la invención trata de mejorar la capacidad de separación del procedimiento manteniendo o incluso mejorando el rendimiento y/o la pureza de los productos y/o la relación de agua a alimentación del sistema.

Antecedentes de la invención

Los documentos US 6 875 349 B2, US 6 572 775 B2 y US 6 572 776 B2 describen un método y un sistema para fraccionar una disolución en dos o más fracciones por un procedimiento cromatográfico de lecho móvil simulado (SMB), en el que el sistema de separación comprende por lo menos dos perfiles de separación en el mismo bucle. El procedimiento de SMB puede ser continuo o secuencial. Se cita que los dos perfiles se forman añadiendo por lo menos dos porciones de la disolución de alimentación al sistema antes de recuperar del mismo fracciones de producto (columna 5, líneas 9 a 11). También se cita que se puede usar agua como eluyente y ese agua se puede añadir entre o después de las adiciones de disolución de alimentación para asegurar que no hay solapamiento de los dos perfiles de separación (columna 5, líneas 11 a 14). También se cita que puede haber dos o tres operaciones paralelas en una etapa de separación (columna 6, líneas 7 a 8). Además, se cita que los dos o más perfiles se mueven en todo el lecho de resina (todas las columnas en el bucle) (columna 1, líneas 32 a 34), es decir, dichos por lo menos dos perfiles de separación están presentes en un bucle formado por todas las columnas.

Las materias primas apropiadas para el fraccionamiento en los procedimientos de las anteriormente mencionadas patentes de EE.UU. pueden ser melaza, vinaza, jarabes de fructosa/glucosa, zumos derivados de remolacha e hidrolizados de madera, por ejemplo. Se cita que las materias primas altamente preferidas incluyen melaza, vinaza y licor de cocción de sulfito. Los productos que se recuperan incluyen, por ejemplo, glucosa, fructosa, sacarosa, betaína, inositol, manitol, glicerol, xilitol, xilosa, sorbitol y eritritol.

Los ejemplos de las anteriormente mencionadas patentes describen una separación de dos perfiles de varias materias primas, tales como melaza, vinaza y mezclas de glucosa/fructosa y residuos de xilitol. Por ejemplo, el Ejemplo 1 del documento US 6 875 349 B2 describe la separación SMB secuencial de dos perfiles de melaza en un sistema de separación que comprende dos columnas (con ocho lechos fijos parciales separados en total). El fraccionamiento se realiza en una secuencia de ocho etapas con una longitud de secuencia de 38 minutos. La melaza usada como material de partida contiene 57,6% de sacarosa y 7,6% de betaína en DS. El fraccionamiento proporciona una fracción de sacarosa con una pureza de 90,1% en peso y una fracción de betaína con una pureza de 43,1% en peso.

El Ejemplo 4 del documento US 6 875 349 B2 describe la separación SMB secuencial de tres perfiles de melaza en un sistema de separación que comprende tres columnas separadas. El fraccionamiento se realiza en una secuencia de ocho etapas con una duración de la secuencia de 43 minutos. La melaza usada como material de partida contiene 60,4% de sacarosa y 5,1% de betaína en DS. El fraccionamiento proporciona una fracción de sacarosa con una pureza de 92,7% en peso y una fracción de betaína con una pureza de 36,6% en peso.

El Ejemplo 5 del documento US 6 875 349 B2 describe una separación SMB continua de dos perfiles de melaza que contiene 59% de sacarosa. Se obtiene una fracción de sacarosa que tiene una pureza de 87,8%.

Además, una patente de EE.UU. 5 466 294 adicional describe un método cromatográfico de un solo perfil para separar sacarosa de un zumo suave en bruto obtenido de remolacha azucarera.

El documento US 6 093 326 describe un método para el fraccionamiento de melaza por un sistema cromatográfico SMB, en el que se recupera sacarosa y betaína durante una secuencia de separación multietapa en dos o más bucles. El Ejemplo 3 del documento describe un procedimiento para el fraccionamiento de melaza de remolacha con una etapa que comprende tres fases de reciclado.

Sin embargo, los métodos de separación cromatográfica multiperfil conocidos de la técnica anterior tienen, por ejemplo, las desventajas de que la capacidad de separación, rendimiento de producto y purezas de producto no siempre han estado a un nivel aceptable. Consecuentemente, se necesitan métodos de separación cromatográfica multiperfil mejorados con capacidad de separación mejorada, manteniendo esencialmente o incluso mejorando el rendimiento y la pureza de los productos.

Además, los procedimientos de separación SMB secuencial multiperfil, especialmente con un modo de tres perfiles, para recuperar sacarosa y betaína de disoluciones basadas en remolacha azucarera que tienen un alto contenido de

sacarosa (más de 70%) no se sugieren o describen en la técnica.

Definiciones relacionadas con la invención

"Una fracción de producto" es una fracción tomada del procedimiento de separación cromatográfica y que comprende componentes de producto. Puede haber una o más fracciones de producto.

5 "Una fracción de residuo" o "una fracción residual" es una fracción que contiene principalmente componentes distintos de los componentes de producto, que se recuperan. Dichos otros componentes se seleccionan típicamente de sales, ácidos orgánicos y ácidos inorgánicos y sus sales, por ejemplo, ácido acético, ácido xilónico, aminoácidos, compuestos de color, glicerol, lignosulfonatos, oligosacáridos, etc., dependiendo del material de partida, así como
10 azúcares, alcoholes de azúcar y ácidos de azúcar distintos de los azúcares de producto, alcoholes de azúcar y ácidos de azúcar. Puede haber una o más fracciones de residuo. Los componentes de la fracción residual (distintos de los componentes de producto) se denominan también "componentes residuales". La naturaleza de los componentes residuales depende del material de partida.

15 "Una fracción de reciclado" es una fracción, que contiene compuestos de producto incompletamente separados, y que tiene una pureza inferior o está más diluida que las fracciones de producto: La fracción de reciclado se recicla de nuevo a la separación para ser combinada con la alimentación. La fracción de reciclado se usa típicamente como diluyente de la alimentación. También puede haber una o más operaciones antes de devolver el reciclado a la(s) columna(s); por ejemplo, la(s) fracción(es) de reciclado se pueden concentrar por evaporación. Puede haber una o más fracciones de reciclado.

20 "Una secuencia" o "una secuencia de separación" es una secuencia predeterminada de etapas que se repiten continuamente en un procedimiento de separación cromatográfica secuencial, que comprende todas las etapas que son necesarias para facilitar la separación de componentes de la alimentación en fracción(es) de producto y otras fracciones.

"Una etapa" comprende una o más de una fase de alimentación, una fase de elución, una fase de circulación y una fase de alimentación PART.

25 Durante la fase de alimentación, una disolución de alimentación se introduce en un lecho fijo parcial predeterminado lechos fijos parciales predeterminados. Durante la fase de alimentación, y/o una o más fases diferentes, se pueden retirar una o más fracciones de producto y una o más fracciones residuales.

Durante la fase de elución, se introduce un eluyente lechos fijos parciales predeterminados.

El eluyente se selecciona típicamente de agua, agua de intercambio iónico y condensado de evaporación.

30 Durante la fase de circulación, esencialmente no se suministra disolución de alimentación o eluyente a los lechos fijos parciales y no se retiran productos.

35 Durante la fase de alimentación de una parte, una parte del perfil de separación se introduce de nuevo en la separación como un sustituto del eluyente. La fase de alimentación de la parte está presente cuando se aplican los métodos del documento WO 2010/097510 A1 (US 2010-0213130 A1) y WO 2010/097511 A1 (US 2010-0212662 A1) al método de multiperfil de la invención. El contenido total de los citados documentos se incorpora aquí como referencia.

"SMB" se refiere a un sistema de lecho móvil simulado.

40 En un sistema SMB secuencial, no todas las corrientes de fluido (el suministro de una disolución de alimentación y un eluyente o PARTE, circulación del perfil de separación, y la retirada de los productos, reciclado o PARTE) fluyen continuamente.

"Una alimentación" es una cantidad de disolución de alimentación introducida en la columna de separación durante una secuencia.

"Un subperfil" es un perfil de concentración de un componente, también denominado pico del componente.

45 "Un perfil de separación" se refiere a un perfil de sustancia seca formado de las sustancias disueltas (DS) presentes en la alimentación a causa de alimentar un eluyente y la disolución de alimentación y fluir a través del lecho de resina, obtenido realizando/repitiendo la secuencia de separación.

"Una parte del perfil de separación" (igual a "parte" o "PARTE") se refiere a cualquier sección del perfil de separación que contiene líquido y componentes en esta sección y que se usa como reemplazo de eluyente.

50 "Una fase de alimentación de la parte" se refiere a la introducción de la parte en el sistema de separación como un reemplazo de eluyente.

- 5 "Un volumen de retención" (R_t) es el volumen de la fase móvil necesario para eluir un componente o un cierto punto del perfil de separación a través de un lecho de resina. El volumen de retención de un componente puede ser expresado como % del volumen del lecho de resina. En relación con la presente invención, un volumen de retención se refiere especialmente al volumen requerido para eluir el inicio de una fracción de componente de producto (tal como una xilosa, fructosa, betaína o fracción de producto de maltosa) a través de la columna.
- "Las colas" se refiere al fenómeno en el que el pico gaussiano normal tiene un factor de asimetría > 1 . Las colas son provocadas lo más a menudo por sitios en el empaquetamiento que tienen una retención más fuerte de lo normal para el soluto.
- 10 "Un vacío" o "volumen inicial" en relación con la presente invención se refiere al volumen necesario para eluir el inicio del pico de conductividad (sales) a través de la columna.
- "BV" se refiere al volumen del lecho de resina de columnas, lechos fijos parciales o un sistema de separación.
- "Ensanchamiento de los picos" se refiere a la dispersión de un pico cromatográfico (perfil de separación) a medida que se mueve a través de la columna.
- 15 "Volumen de las etapas" (V) se refiere al volumen de la fase móvil (incluyendo la alimentación, eluyente y circulación), que mueve un componente, un perfil de separación o sus partes a través de la(s) columna(s) de separación desde una determinada etapa en una secuencia de separación a otra etapa determinada en la misma o en las secuencias siguientes. El volumen de las etapas se calcula paso a paso sumando los volúmenes de la fase móvil transferida en cada etapa (el volumen introducido en las columnas en cada etapa durante la alimentación, la elución y/o las fases de circulación y durante la fase de alimentación de la parte opcional).
- 20 "Una posición de introducción de eluyente" se refiere a cualquier localización en el sistema cromatográfico en la que se puede introducir el eluyente.
- "DS" se refiere al contenido de sustancia seca disuelta. Igual a "contenido de sólidos disueltos".
- "Pureza de un componente" se refiere al contenido del componente en DS.
- 25 "Capacidad de separación" se refiere a la cantidad de un producto (kg de sustancia seca)/volumen de resina de separación (m^3)/hora (h). El reciclado y las partes introducidas en la fase de alimentación de la parte no están incluidos.
- "La relación W/F " se refiere a la relación del volumen de agua eluyente al volumen de la alimentación.

Breve descripción de la invención

- 30 La presente invención se refiere a un procedimiento para separar y recuperar productos, tales como azúcares, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, ácidos orgánicos y betaína de disoluciones de alimentación basadas en plantas por un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado (SMB) secuencial multiperfil. La invención se basa en la recuperación de fracciones de producto y/o fracciones recicladas de varias posiciones del sistema de separación cromatográfica SMB secuencial multiperfil. En la práctica, las fracciones de producto y/o las fracciones de reciclado se recogen de varias columnas del sistema de separación cromatográfica. Los objetivos de la invención se consiguen mediante un procedimiento que se caracteriza por lo que se afirma en las reivindicaciones independientes. Las realizaciones preferidas de la invención se describen en las reivindicaciones dependientes.
- 35

Sorprendentemente, se encontró que el procedimiento de la invención proporcionaba mejoradas capacidades de separación, rendimientos de producto y purezas de producto en comparación con los sistemas de separación multiperfil conocidos de la técnica anterior.

- 40 Descripción de la invención

La invención se refiere a un procedimiento de separación y recuperación de por lo menos un producto de una disolución de alimentación que contiene por lo menos un compuesto de producto seleccionado de azúcares, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, ácidos orgánicos y betaína, por lo que el procedimiento se lleva a cabo en un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado (SMB) secuencial, que comprende una pluralidad de columnas que contienen uno o más lechos fijos parciales, en el que las columnas forman uno o más bucles, que comprende

45

crear tres perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación determinada, por la que dichos tres perfiles de separación sucesivos están presentes simultáneamente en el sistema, y cada perfil de separación comprende por lo menos un subperfil de producto, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles,

- 50 mover dichos tres perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación determinada, y

recuperar por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de producto de una columna y recuperar también por lo menos otra fracción de una o más de otras columnas del sistema, por lo que dicha por lo menos una fracción adicional es una fracción de producto adicional enriquecida en el mismo compuesto de producto y/o una fracción de reciclado que contiene el mismo compuesto de producto.

- 5 En el procedimiento de la invención, los componentes de producto se pueden seleccionar de azúcares, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, ácidos orgánicos y betaína.

Los azúcares se pueden seleccionar de xilosa, fructosa, glucosa, manosa, arabinosa, galactosa, ramnosa, fucosa, sacarosa, rafinosa, maltosa, levoglucosano, ribosa, isomaltulosa, tagatosa, trehalosa, trehalulosa, y psicosa.

- 10 Con relación a la presente invención, los azúcares comprenden también compuestos oligómeros, tales como xilo-oligosacáridos, maltooligosacáridos, fructooligosacáridos y polidextrosa.

Los alcoholes de azúcar se pueden seleccionar de xilitol, manitol, sorbitol, inositol, maltitol, isomalt, glicerol y eritritol.

- 15 Los ácidos de azúcar se pueden seleccionar de hidroxiaácidos, ácidos carboxílicos, tales como ácidos aldónicos, por ejemplo, ácido xilónico, ácido glucónico, y ácido itacónico, y ácidos urónicos, tales como ácido glucurónico y ácido galacturónico, por ejemplo.

Los ácidos orgánicos se pueden seleccionar, por ejemplo, de aminoácidos, tales como ácido glutámico.

Los componentes de producto especialmente preferidos en relación con la presente invención son sacarosa, betaína y xilosa.

- 20 Los componentes residuales se seleccionan típicamente de sales, ácidos inorgánicos y sus sales, por ejemplo, ácido sulfúrico y ácido sulfuroso, aminoácidos, compuestos de color, glicerol, lignosulfonatos, oligosacáridos, etc., dependiendo del material de partida, así como azúcares, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar y otros ácidos orgánicos distintos de los azúcares de producto, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar y ácidos orgánicos.

- 25 Por ejemplo, en la separación de azúcares, alcoholes de azúcar y ácidos de azúcar de hidrolizados basados en plantas, tales como licor residual de sulfito, los componentes residuales comprenden principalmente lignosulfonatos, oligosacáridos, sales, ácidos orgánicos (por ejemplo, ácido acético y ácido xilónico), y ácidos inorgánicos, etc. En la separación de betaína de disoluciones basadas en remolacha azucarera, tales como melaza y vinaza, los componentes residuales comprenden principalmente sales, compuestos de color, ácidos orgánicos y sus sales, aminoácidos, glicerol, y mono- di- y tri-sacáridos, etc. En la separación de melaza de caña, los componentes residuales comprenden principalmente sales, compuestos de color, mono-, di- y tri-sacáridos.

- 30 Los materiales de partida que contienen uno o más componentes de producto seleccionados de azúcares, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, ácidos orgánicos y betaína son típicamente extractos multicomponente basados en plantas e hidrolizados o sus derivados. El licor residual de sulfito, hidrolizado de almidón, y disoluciones basadas en remolacha azucarera, tales como jarabe verde bajo (low green), melaza, zumo en bruto, zumo espeso, residuos de destilación y sus productos de fermentación, tales como vinaza, se pueden mencionar como ejemplos de materiales de partida apropiados.

- 35 Una realización de la invención comprende la separación de azúcares, alcoholes de azúcar, y ácidos de azúcar de hidrolizados basados en plantas, extractos basados en plantas y sus derivados. Los hidrolizados basados en plantas se pueden obtener de material vegetal, que incluye material de madera de varias especies de madera, particularmente madera dura, tal como abedul, álamo y haya, arce, eucalipto, varias partes de cereales (tales como paja, especialmente paja de trigo, cáscaras, particularmente cáscaras de maíz y de cebada y mazorcas de maíz y fibras de maíz), bagazo, carcasas de coco, pieles de semilla de algodón, cáscaras de almendra, etc. Los extractos basados en plantas pueden ser, por ejemplo, extractos de agua, vapor, alcalinos o de alcohol de las plantas descritas anteriormente. Los derivados de hidrolizados y extractos basados en plantas pueden ser diferentes productos post-tratados, tales como sus productos de evaporación o fracciones de procedimientos de membrana.

- 45 En una realización específica de la invención, el hidrolizado basado en plantas para la separación de azúcares, alcoholes de azúcar, y ácidos de azúcar, tal como xilosa, es un licor residual obtenido de un procedimiento de formación de pasta. Un licor residual típico útil en la presente invención es un licor residual de pasta de sulfito, que se obtiene preferentemente de pasta de sulfito ácida. Un ejemplo de un hidrolizado útil es un prehidrolizado de pasta de sulfato.

- 50 En una realización de la invención, la xilosa se separa de un hidrolizado de madera, tal como un licor residual de pasta de sulfito.

En una realización específica adicional, la xilosa se separa de un residuo de xilosa obtenido de la cristalización de xilosa. En un ejemplo específico adicional de la invención, se separa xilitol de un residuo de xilitol después de la hidrogenación de xilosa y la cristalización de xilitol.

En una realización específica adicional, se separa xilitol y eritritol de caldos de fermentación.

Una realización adicional más de la invención comprende la separación de betaína de una disolución basada en remolacha azucarera, tal como jarabe verde bajo, melaza y vinaza.

5 En la presente invención, dicho jarabe verde bajo se refiere a un jarabe basado en remolacha azucarera que contiene de 71 a 85% de sacarosa y de 2 a 10% de betaína en DS. Además, el jarabe verde bajo contiene otros componentes (por ejemplo, sales, compuestos de color, ácidos orgánicos, aminoácidos, etc.) en una cantidad típica de 13 a 27% en DS. Un ejemplo típico de un material de partida útil en la presente invención es un jarabe verde bajo que contiene alrededor de 72% de sacarosa, de 3 a 6% de betaína y de 20 a 25% de cenizas (sales) y otros componentes inorgánicos/orgánicos.

10 Otra realización de la invención comprende la separación de fructosa de mezclas de glucosa y fructosa, tales como disoluciones de sacarosa invertida, disoluciones de glucosa isomerizada y sus mezclas así como residuos obtenidos de la cristalización de fructosa.

15 Una realización adicional de la invención comprende la separación de maltosa de hidrolizados de almidón, tales como jarabes de maltosa. Una realización adicional más de la invención comprende la separación de maltitol de un jarabe de maltitol después de la hidrogenación de maltosa.

20 En realizaciones preferidas de la invención, la disolución de alimentación se selecciona de hidrolizados y extractos basados en plantas, jarabes de fructosa/glucosa, mezclas de azúcar invertido e hidrolizados de almidón. En una realización especialmente preferida de la invención, los hidrolizados y extractos basados en plantas se seleccionan de disoluciones basadas en remolacha azucarera e hidrolizados de madera. Las disoluciones basadas en remolacha azucarera se seleccionan especialmente de jarabe verde bajo, melaza, zumo espeso y zumo en bruto y sus fracciones que contienen betaína. Los hidrolizados de madera se seleccionan especialmente de licor residual de pasta de sulfito.

25 El sistema de separación cromatográfica de la presente invención comprende una pluralidad de columnas, que se refiere a más de una columna. En una realización típica de la invención, el sistema comprende tres o más columnas de separación que contienen uno o más lechos fijos parciales. En una realización preferida de la invención, el sistema comprende por lo menos tres columnas, por ejemplo, de 3 a 12 columnas, preferentemente de 6 a 9 columnas.

En una realización típica de la invención, las columnas tienen el mismo tamaño. Las columnas pueden también tener un tamaño distinto unas de otras. Las columnas pueden también estar divididas en dos o más compartimentos.

30 Las resinas de separación cromatográfica en los lechos fijos parciales del sistema de separación se pueden seleccionar de aquellas comúnmente usadas para la separación de los anteriormente descritos componentes de producto de extractos e hidrolizados multicomponente basados en plantas y sus derivados. Las resinas especialmente útiles son resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas (SAC) y resinas de intercambio catiónico débilmente ácidas (WAC), pero se pueden usar incluso resinas de intercambio aniónico débilmente básicas (WBA) y resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas (SBA). Las resinas de intercambio catiónico (SAC y WAC) pueden estar en forma monovalente, divalente o trivalente, tal como en forma de H^+ , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} o Al^{3+} .

40 Las resinas pueden ser resinas estirénicas o acrílicas que tienen un grado de reticulación en un intervalo de 1 a 20%, por ejemplo, de 4 a 10% de DVB (divinilbenceno), preferentemente de 4,5 a 7,5% de DVB. El grado de reticulación de las resinas por lo general afecta al volumen de retención de los componentes. Un tamaño medio de partícula típico de las resinas es de 200 a 450 μm .

Las columnas/lechos fijos parciales del sistema forman uno o más buches. En una realización preferida de la invención, el sistema comprende un bucle formado por todas las columnas del sistema en una o más etapas de la secuencia de separación, es decir, hay un bucle desde la última columna hasta la primera columna del sistema.

45 Un bucle puede ser cerrado o "abierto". En un bucle cerrado se hace circular líquido y esencialmente nada se alimenta o se retira del bucle. En un bucle abierto se puede introducir eluyente, alimentación o PARTE en el bucle y se puede retirar del mismo una fracción de producto o una fracción residual o una PARTE. Durante la alimentación, la elución y la fase de alimentación de la parte, el flujo a través de los lechos de material empaquetado puede tener lugar entre bucles sucesivos, en el que los flujos llevan material de un bucle a otro. Durante la fase de circulación, el bucle está cerrado y separado de los otros bucles.

50 El procedimiento de SMB secuencial de la presente invención, comprende secuencias, etapas y fases. Las secuencias, etapas y fases se definen anteriormente. Puede haber de 1 a 4 fases paralelas iguales o diferentes (seleccionadas de alimentación, elución y/o circulación y opcionalmente alimentación de la parte) en una etapa de separación.

55 El fraccionamiento se lleva a cabo usando las secuencias, etapas y fases anteriores, por lo que se forma un perfil de

separación (es decir, un perfil de sustancia seca) en las columnas de separación de las sustancias disueltas presentes en la alimentación. El perfil de separación comprende por lo menos un subperfil de producto, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles.

- 5 En la presente invención, el fraccionamiento se efectúa mediante la creación de tres perfiles de separación repitiendo la secuencia de separación predeterminada y moviendo los perfiles de separación hacia adelante en el sistema de SMB repitiendo la secuencia. La secuencia tiene que ser repetida por lo menos tres veces para eluir el perfil a través de todo el sistema de SMB.

En una realización preferida de la invención, dichos tres perfiles de separación están presentes en un bucle formado por todas las columnas del sistema.

- 10 En una realización adicional de la invención, el procedimiento puede comprender una etapa en la que las columnas forman tres bucles separados y un perfil de separación se mueve hacia adelante en cada bucle, es decir, un perfil de separación está presente en cada uno de los tres bucles. Por ejemplo, las columnas 1 y 2, columnas 3 y 4, así como las columnas 5 y 6 en un sistema de seis columnas pueden formar tres bucles separados y el perfil de separación se mueve hacia adelante preferentemente de forma simultánea en cada bucle. La disposición opcional de tres bucles
15 facilita ventajosamente la eliminación de color a las fracciones residuales.

Típicamente, la primera columna del sistema es la columna de alimentación del sistema.

- El volumen de alimentación se selecciona de manera que las columnas sean capaces de separar el compuesto de producto de otros componentes de la alimentación con los rendimientos deseados para proporcionar fracciones de producto con una pureza deseada. En una realización de la invención, el volumen de alimentación puede ser 4,5-
20 10% del volumen total del lecho.

La concentración de la alimentación (contenido de sustancia seca) es típicamente de 40 a 65 g de sustancia seca/100 g de disolución de alimentación y preferentemente de 45 a 55 g de sustancia seca/100 g de disolución de alimentación.

- 25 Los intervalos de agua entre los perfiles sucesivos a la salida de las columnas se minimizan, y puede incluso haber solapamiento entre los perfiles de separación sucesivos, al contrario que en el documento US 6.875.349 B2. Especialmente, esto afecta a la realización de la invención, que se refiere a la separación de sacarosa y betaína de disoluciones basadas en remolacha azucarera. Puede haber solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual de los sucesivos perfiles de separación.

- 30 El modo de tres perfiles de la presente invención proporciona, como una ventaja adicional, cortos tiempos de secuencia. En el modo de tres perfiles de la presente invención, el tiempo de la secuencia es corto (por ejemplo 30 minutos) comparado con un modo de dos perfiles (por ejemplo 47 minutos). Correspondientemente un modo de un solo perfil tardaría alrededor de dos veces 47 minutos, es decir, alrededor de 94 minutos.

- Finalmente, el procedimiento de la invención comprende recuperar por lo menos una fracción de producto enriquecida en un solo compuesto del producto de una columna y también recuperar por lo menos una fracción
35 adicional de una o más de otras columnas del sistema, por lo que dicha por lo menos una fracción adicional es una fracción de producto adicional enriquecida en el mismo compuesto de producto y/o una fracción de reciclado que contiene el mismo compuesto de producto. Las fracciones de producto se recuperan y se retiran del procedimiento y se combinan preferentemente. Las fracciones se hacen circular de nuevo a la separación para diluir la alimentación. El volumen combinado de las fracciones de reciclado está típicamente en el intervalo de 5% a 50% del volumen de
40 alimentación.

Dicha por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de producto se recupera preferentemente de la última columna del sistema.

En el procedimiento de la presente invención, la última columna se refiere a la última columna aguas abajo de la columna de alimentación. La columna de alimentación es usualmente la primera columna del sistema.

- 45 Dicha por lo menos una fracción adicional seleccionada de una fracción de producto adicional enriquecida en el mismo compuesto de producto y una fracción de reciclado que contiene el mismo compuesto de producto se recupera de una o más de otras columnas del sistema, que se seleccionan preferentemente de cualquiera de las columnas aguas arriba del sistema con respecto a la columna de la que se recupera dicha por lo menos una fracción de producto.

- 50 En una realización de la invención, dicha por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de producto y dicha por lo menos una fracción adicional seleccionada de una fracción de producto adicional enriquecida en el mismo compuesto de producto y una fracción que contiene el mismo compuesto de producto se recuperan del mismo perfil de separación durante más de una secuencia de separación.

En otra realización de la invención, dicha por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de

producto y dicha por lo menos una fracción adicional seleccionada de una fracción de producto adicional enriquecida en el mismo compuesto de producto y una fracción de reciclado que contiene el mismo compuesto de producto se recuperan de más de un perfil de separación durante la misma secuencia de separación.

5 Sorprendentemente, se encontró que recoger fracciones de producto y/o fracciones de varias columnas (varias posiciones del sistema de separación) según la presente invención hizo posible ajustar tres perfiles de separación en el sistema de SMB.

10 En una realización adicional de la invención, el procedimiento comprende también la recuperación de otras fracciones, tales como fracciones residuales. Este modo de funcionamiento facilita el ajuste de tres perfiles en el sistema de SMB y también facilita la recuperación de las fracciones de producto con alto rendimiento y pureza. Las fracciones residuales que no contienen esencialmente ningún producto se retiran desde una pluralidad de columnas. En otras palabras, el residuo se retira de las columnas tan pronto como el producto deseado se separa de las mismas. Consecuentemente, el tamaño del pico/subperfil residual (pico/subperfil de sal) disminuirá cuando avanza el fraccionamiento, lo que conduce a un frente reducido adicional del pico/subperfil de producto. Este modo de funcionamiento se puede aplicar, por ejemplo, a la recuperación de sacarosa y betaína de disoluciones basadas en remolacha azucarera.

15 En una realización adicional de la invención, el procedimiento comprende además la recuperación de una o más fracciones adicionales enriquecidas en por lo menos un compuesto de producto adicional. Dicho un compuesto producto puede ser, por ejemplo, sacarosa y dicho compuesto de producto adicional puede ser, por ejemplo, betaína.

20 En una realización adicional de la invención, el procedimiento comprende la recuperación de por lo menos una fracción de sacarosa de una columna y además por lo menos una fracción de sacarosa de una o más de otras columnas del sistema y también recuperar por lo menos una fracción de betaína de cualquier columna del sistema. En esta realización de la invención, el procedimiento puede comprender adicionalmente la recuperación de por lo menos una fracción de reciclado que contiene sacarosa de una o más de otras columnas del sistema.

25 En una realización adicional más de la invención, el procedimiento comprende la recuperación de por lo menos una fracción de xilosa de una columna y también la recuperación de por lo menos una fracción de xilosa adicional y/o por lo menos una fracción que contiene xilosa de una o más de otras columnas del sistema.

30 En una realización específica de la invención, la invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de sacarosa y betaína de una disolución basada en remolacha azucarera en un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado (SMB) secuencial, que comprende una pluralidad de columnas que contienen uno o más lechos fijos parciales, en el que las columnas forman uno o más bucles, que comprende

35 crear tres perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, por lo que dichos tres perfiles de separación sucesivos están presentes simultáneamente en el sistema, y cada perfil de separación comprende un subperfil de sacarosa, un subperfil de betaína, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles,

mover dichos tres perfiles de separación hacia delante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación predeterminada, y

40 recuperar por lo menos una fracción de sacarosa de una columna y además por lo menos una fracción de sacarosa de una o más de otras columnas del sistema y también recuperar una o más fracciones de betaína de las columnas del sistema.

La disolución basada en remolacha azucarera usada como alimentación en esta realización de la invención se selecciona preferentemente de jarabe verde bajo, melaza, zumo espeso y zumo en bruto.

45 También es posible recuperar betaína y sales en la misma fracción, especialmente cuando hay solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación. Se encontró que el solapamiento del subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación también era beneficioso para ajustar tres perfiles de separación en el sistema.

50 Además, se encontró sorprendentemente que se redujo el frente del pico/subperfil de sacarosa por la razón de que el material de partida con una alta pureza de sacarosa (>70%) ya tiene un contenido relativamente bajo de sal. Consecuentemente, el pico/subperfil de sacarosa y todo el perfil de separación siguen siendo ventajosamente estrechos durante el fraccionamiento, lo que ayuda adicionalmente a ajustar tres perfiles de separación en el sistema de SMB.

55 En esta realización de la presente invención, el fraccionamiento se puede efectuar de modo que la betaína que se mueve lentamente y las sales que se mueven rápidamente se recuperan esencialmente en fracciones separadas. También es posible recuperar betaína y sales en la misma fracción, por lo que existe un solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual. La fracción que contiene betaína y componentes residuales se puede

dividir a continuación en varias fracciones, por ejemplo, en una fracción enriquecida en betaína y una fracción enriquecida en sales y otros componentes residuales. La betaína se puede recuperar a continuación de la fracción de betaína por separado.

5 En una realización adicional de la invención, la betaína se recupera de la fracción residual o de una fracción de betaína separada, por ejemplo, por fraccionamiento cromatográfico adicional, seguido de cristalización.

10 En la realización de la invención relativa a la separación de betaína y sacarosa de disoluciones basadas en remolacha azucarera, las fracciones de sacarosa recuperadas de columnas separadas se obtienen con una pureza (contenido de sacarosa) de más de 90%, preferentemente más de 92% y más preferentemente más de 94% en sustancia seca (DS). El contenido de betaína de la fracción de sacarosa es menor de 0,5%, preferentemente menor de 0,1% en DS.

En esta realización de la invención, la cantidad de sustancia seca de dicha fracción de sacarosa adicional recuperada es más de 10%, preferentemente más de 30% y más preferentemente más de 50%, basado en la cantidad de sustancia seca de las fracciones de sacarosa combinadas recuperadas.

15 En esta realización de la invención, el procedimiento proporciona en fracciones de sacarosa combinadas un rendimiento de sacarosa de más de 90%, preferentemente más de 92% y más preferentemente más de 94% basado en la sacarosa de la disolución de alimentación.

20 En esta realización de la invención, las fracciones de betaína se obtienen con una pureza (contenido de betaína) de más de 35%, preferentemente más de 45% y más preferentemente más de 55% en DS. En una realización típica de la invención, el contenido de betaína en la fracción de betaína está en el intervalo de 35% a 75%, preferentemente de 45 a 75% en DS. El contenido de betaína de las fracciones residuales está típicamente en el intervalo de 0,1 a 3,0% en DS.

En esta realización de la invención, el rendimiento de betaína a la(s) fracción (fracciones) de betaína es más de 85%, preferentemente más de 92% y más preferentemente más de 94%.

25 En esta realización de la invención que se refiere a la separación de betaína y sacarosa de disoluciones basadas en remolacha azucarera, el procedimiento de la invención proporciona una alta capacidad de separación, por ejemplo, una capacidad de separación en 55 kg de materia seca por hora por m³ de resina. La capacidad de hasta 150 de sustancia seca por hora por m³ de resina se puede alcanzar usando longitudes de lecho más cortas y una resina con un tamaño de partícula de menos de 350 µm. Además, el procedimiento proporciona una relación favorable de agua eluyente a sustancia seca de alimentación, por ejemplo, alrededor de 5-10 m³ de agua por tonelada de sustancia seca. Esto corresponde a una relación W/F (la relación del volumen de agua eluyente al volumen de la alimentación) de 3 a 6 cuando la alimentación tiene un contenido de sustancia seca de alrededor de 50%.

30 En otra realización específica de la invención, la invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de xilosa a partir de un hidrolizado de origen vegetal en un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado secuencial, que comprende una pluralidad de columnas que contienen uno o más lechos fijos parciales, en el que las columnas forman uno o más bucles, que comprende

35 crear tres perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, por lo que dichos tres perfiles de separación sucesivos están presentes simultáneamente en el sistema, y cada perfil de separación comprende un subperfil de xilosa, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles,

40 mover dichos tres perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación predeterminada, y

recuperar por lo menos una fracción de xilosa de una columna y también recuperar por lo menos una fracción de xilosa adicional enriquecida en xilosa y/o por lo menos una fracción que contiene xilosa de una o más de otras columnas del sistema.

45 El hidrolizado basado en plantas usado como alimentación en esta realización de la invención puede ser, por ejemplo, un hidrolizado de hemicelulosa, preferentemente licor residual de sulfito.

En esta realización de la invención, la(s) fracción(fracciones) de xilosa se obtiene(n) con una pureza (contenido de xilosa) de más de 45%, preferentemente más de 50% y más preferentemente más de 55% en DS.

En esta realización de la invención, el procedimiento proporciona un rendimiento de xilosa de más de 85%, preferentemente más de 90% y más preferentemente más de 93% en la xilosa de la disolución de alimentación.

50 En la realización de la invención que se refiere a la separación de xilosa de hidrolizados de plantas que contienen xilosa, el procedimiento de la invención también proporciona una alta capacidad de separación, por ejemplo, una capacidad de separación de hasta 80 kg de sustancia seca por hora por m³ de resina. Además, el procedimiento proporciona una relación favorable de agua eluyente a la sustancia seca de alimentación, por ejemplo, de aproximadamente 3,3 m³ de agua por tonelada de sustancia seca. Esto corresponde a una relación W/F (la relación

del volumen de agua eluyente al volumen de alimentación) de 2,0 cuando la alimentación tiene un contenido de sustancia seca de alrededor de 50%.

Consecuentemente, el modo de funcionamiento de tres perfiles de la presente invención proporciona una incrementada capacidad de separación.

- 5 Otras ventajas, tales como una reducción significativa de la cantidad de agua eluyente (desde 10 hasta 50%) en la separación, se pueden lograr mediante la aplicación del método multiperfil de la invención a los métodos de los documentos WO 2010/097510 A1 y WO 2010/097511 A1, que se incorporan aquí como referencia. Los métodos descritos en estas solicitudes describen generalmente la introducción de varias partes del perfil de separación de nuevo a la separación como reemplazo del eluyente. La reducción de la cantidad de agua eluyente conduce a un menor requerimiento de energía en la evaporación de las fracciones separadas.

Consecuentemente, en una realización adicional de la invención, el procedimiento comprende adicionalmente introducir una o más partes de dichos tres perfiles de separación de nuevo a una o más posiciones de introducción de eluyente del sistema para substituir una porción del eluyente, en el que dichas partes comprenden componentes seleccionados de compuestos de producto y componentes residuales.

- 15 El volumen, posición de introducción y etapa de introducción de dichas partes se determinan en base a los volúmenes de retención de los componentes de dichas partes, el volumen del lecho de resina a través del cual pasan los componentes de las partes y el volumen de las etapas que mueven los componentes de dichas partes desde la posición de introducción hasta la posición objetivo de retirada calculada de los componentes durante dicha la misma o las siguientes secuencias de separación, manteniendo esencialmente la pureza de la(s) fracción (fracciones) de producto y el rendimiento de los componentes de producto.

- 20 Es esencial que el volumen, posición de introducción y etapa de introducción de dichas partes se determinen para que sean apropiadas de modo que los componentes de dichas partes y su retirada lleguen a la región de los componentes similares de movimiento rápido de la alimentación o se retengan para ser eluidos junto con los componentes de movimiento más rápido de la alimentación o permitan que los componentes de movimiento rápido del perfil de separación lleguen a los componentes de movimiento lento de dichas partes.

Los volúmenes de retención de los componentes de cada sistema de separación se determinan experimentalmente para los lechos de resina en uso. Los volúmenes de retención de los componentes dependen del contenido de divinilbenceno (DVB) de las resinas, por ejemplo.

- 30 En la separación de xilosa de hidrolizados de plantas que contienen xilosa con resinas de intercambio catiónico de ácido fuerte en una forma de magnesio que tiene un contenido de DVB del 6,5%, el volumen de retención de xilosa es de aproximadamente 60% (entre el 57 y 63%) del volumen del lecho de resina. El volumen de retención del inicio del pico de conductividad (sales y moléculas grandes, tales como lignosulfonatos) en la misma separación de licor residual de sulfito con las mismas resinas es aproximadamente de 28 a 34% del volumen del lecho de resina, que es igual al volumen inicial del lecho de resina. También el fenómeno de ensanchamiento de los picos se debe tener en cuenta cuando se calculan los volúmenes de elución, en el que se eluyen diferentes componentes de la columna de separación.

- 40 En la separación de betaína y sacarosa a partir de disoluciones basadas en remolacha azucarera con resinas de intercambio catiónico de ácido fuerte en forma monovalente que tienen un contenido de DVB de 6,5%, el volumen de retención de betaína es aproximadamente 70% (entre 67 y 73%) del volumen del lecho de resina y el volumen de retención de la sacarosa es aproximadamente entre 55% y 60% del volumen del lecho de resina. El volumen de retención del inicio del pico de conductividad (sales y moléculas grandes) en la misma separación con las mismas resinas es aproximadamente entre 28 y 34% del volumen del lecho de resina, que es igual al volumen inicial del lecho de resina.

- 45 Un ejemplo de una parte apropiada del perfil de separación para el reemplazo del eluyente comprende la parte de solapamiento del pico de betaína y del pico de la sal. Se selecciona el punto de introducción de modo que las sales como un componente de rápido movimiento pasen a la sacarosa en la separación, y la betaína y las sales se pueden recuperar en fracciones adyacentes o en la misma fracción.

- 50 Además, las partes de dichas fracciones residuales se pueden devolver a la separación como un sustituto del eluyente. La generación y el avance de tres perfiles de separación en el mismo bucle para la separación de diferentes materiales de partida se ilustra en los siguientes Ejemplos no limitantes 2, 3 y 4. El Ejemplo 2 describe la separación SMB de tres perfiles de jarabe verde bajo en una fracción de sacarosa, una fracción de betaína, una fracción residual (una fracción de sal) y una fracción de reciclado. El Ejemplo 3 describe una separación SMB de tres perfiles de jarabe verde bajo en una fracción de sacarosa, una fracción de betaína, una fracción residual (una fracción de sal) y una fracción de reciclado. El Ejemplo 4 describe una separación SMB de tres perfiles de licor residual de sulfito de Mg^{2+} en una fracción de xilosa, una fracción de reciclado y una fracción residual.

El Ejemplo 1A es un ejemplo de referencia, que describe el fraccionamiento de un jarabe verde bajo por un método SMB secuencial de dos perfiles y de dos bucles. Los Ejemplos 1B y 1C son ejemplos de referencia, que describen

una separación SMB de tres perfiles de melaza. Los Ejemplos 1B y 1C se diferencian del procedimiento de la invención en que las fracciones de producto se recogen solo de una columna.

Se pueden ver varias ventajas cuando se compara el Ejemplo de referencia 1A y el Ejemplo 2 de la invención con relación al fraccionamiento de jarabe verde bajo con un rendimiento igual de sacarosa y betaína y el mismo consumo de agua aproximadamente. Según el método de tres perfiles de la invención, la betaína se puede enriquecer en la fracción de betaína con un contenido de betaína de 51% con un rendimiento muy alto (aproximadamente 95%). La betaína se puede enriquecer adicionalmente de la fracción de betaína con separación cromatográfica. El método también proporciona una fracción de sacarosa con un muy alto contenido de sacarosa (de 94 a 95%) y con un rendimiento muy alto (por lo menos 93%). La capacidad de producción (calculada como kg de sustancia seca/hora/m³ de la resina) se puede aumentar por lo menos el 40% con respecto a la capacidad del método de dos perfiles del Ejemplo 1 (54 kg vs. 38 kg de sustancia seca/hora/m³ de la resina).

Además, se puede observar que los ejemplos de referencia 1B y 1C proporcionan una capacidad muy baja y una muy pobre pureza y rendimiento de betaína, es decir, la pureza de betaína es de sólo 23 a 37% en DS y el rendimiento de betaína es de alrededor de 32 a 43%. Los Ejemplos 1B y 1C también proporcionan un rendimiento de sacarosa muy bajo de alrededor de 79 a 82%.

Ejemplo 1A

Separación SMB de dos bucles y dos perfiles de un jarabe verde bajo – ejemplo de referencia

El equipo del procedimiento incluye 6 columnas, las tuberías requeridas, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, una bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, depósitos de alimentación y eluyente y productos, medios de control de flujo para los líquidos que salen, así como válvulas de entrada y de producto para las diversas corrientes del procedimiento. La altura de todas las columnas es de 4,0 m, el diámetro de todas las columnas es de 5,15 m, y la primera columna está hecha de dos compartimentos de igual tamaño. Las columnas están empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte (Dowex monosphere 99K/350) en forma de Na⁺. El tamaño medio de las partículas de la resina es de 0,35 mm.

Antes de la separación, el jarabe verde bajo se diluye con una fracción de reciclado (obtenida de la separación) y se carbonata con carbonato de sodio para reducir el nivel de calcio de la disolución. Finalmente, el jarabe verde bajo se filtra con filtro de precapa usando tierra de diatomeas como ayuda de filtración.

La alimentación estaba compuesta como se expone a continuación, por lo que los porcentajes se dan en base al peso de sustancia seca.

TABLA E1A-1

Composición de la alimentación	
pH de la alimentación	9,5
Sustancia seca de alimentación, g/100 g	50,0
Sacarosa, % en DS	72,0
Betaína, % en DS	4,5
Otros, % en DS	23,5

El fraccionamiento se realiza por medio de una secuencia de SMB de 13 etapas tal como se expone a continuación. La alimentación y el eluyente se usan a una temperatura de 80°C, y se usa un condensado de la evaporación como eluyente.

Etapla 1: se bombean 5,0 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 185 m³/h, y se recoge de la columna 6 una fracción de reciclado.

Etapla 2: se bombean 2,6 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 140 m³/h, y se recoge de la misma columna una fracción residual. Simultáneamente, se bombean 3,2 m³ de eluyente a la columna 2 con un caudal de 170 m³/h, y se recoge de la columna 6 una fracción de reciclado.

Etapla 3: se bombean 2,0 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 110 m³/h, y se recoge de la misma columna una fracción residual. Simultáneamente, se bombean 2,0 m³ de eluyente a la columna 2 con un caudal de 110 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 4. También simultáneamente, se bombean 3,5 m³ de eluyente a la columna 5 con un caudal de 198 m³/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 6.

Etapla 4: se bombean 12,6 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 121 m³/h, y se recoge

de la misma columna una fracción residual. Simultáneamente, se bombean $9,7 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 2 con un caudal de $90 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 4. También simultáneamente, se bombean $23,0 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 5 con un caudal de $220 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 6.

- 5 Etapa 5: se bombean $7,2 \text{ m}^3$ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 6.

Etapa 6: se hacen circular en bucle $17,6 \text{ m}^3$ con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$ en un bucle formado por todas las columnas. Hay dos perfiles de separación en el bucle.

- 10 Etapa 7: se bombean $4,9 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 3 con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 2.

Etapa 8: se bombean $8,5 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 1 con un caudal de $137 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombean $10,9 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 3 con un caudal de $180 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 5. También simultáneamente, se bombean $14,0 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 6 con un caudal de $224 \text{ m}^3/\text{h}$, y se obtiene una fracción de betaína de la misma columna.

- 15 Etapa 9: se bombean $5,0 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 1 con un caudal de $160 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombean $6,0 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 3 con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción de betaína de la columna 6.

Etapa 10: se bombean $16,1 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 1 con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción de betaína de la columna 6.

- 20 Etapa 11: se hacen circular en bucle $15,0 \text{ m}^3$ con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$ en un bucle formado con el segundo compartimento de la columna 1, columna 2 y columna 3 (el primer compartimento de la columna 1 se excluye del bucle). Simultáneamente, se hacen circular en bucle $7,0 \text{ m}^3$ con un caudal de $90 \text{ m}^3/\text{h}$ en un bucle formado por las columnas 4, 5 y 6.

- 25 Etapa 12: se bombean $11,0 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 1 con un caudal de $150 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 3. Simultáneamente, se bombean $14,1 \text{ m}^3$ de eluyente a la columna 4 con un caudal de $190 \text{ m}^3/\text{h}$, y se recoge una fracción residual de la columna 6.

Etapa 13: se hacen circular en bucle $20,1 \text{ m}^3$ con un caudal de $200 \text{ m}^3/\text{h}$ en un bucle formado con las columnas 1, 2 y 3. Simultáneamente, se hacen circular en bucle $19,3 \text{ m}^3$ con un caudal de $195 \text{ m}^3/\text{h}$ en un bucle formado por las columnas 4, 5 y 6.

- 30 Después del equilibrado del sistema, se recogen fracciones residuales, fracciones de reciclado, fracciones de sacarosa y fracciones de betaína. Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas se exponen en la siguiente tabla.

Tabla E1A-2

	Fracción residual combinada	Reciclado combinado	Sacarosa combinada	Betaína combinada
Volumen, m^3	81,3	8,2	33,7	38,1
Sustancia seca, % en peso	3,8	19,9	30,8	3,8
Sustancia seca, g/100 mL	3,9	21,6	34,7	3,9
Sacarosa, % en DS	22,9	73,6	93,5	4,4
Betaína, % en DS	1,2	0,0	0,0	52,5
Otros, % en DS	75,9	26,4	6,5	43,1

- 35 El rendimiento total calculado a partir de estas fracciones es 93,3% de sacarosa y 95,5% de betaína. La capacidad de separación para el fraccionamiento es de $38,4 \text{ kg}$ de sustancia seca por hora por m^3 de la resina y la relación del agua eluyente a la sustancia seca de alimentación es de $7,3 \text{ m}^3$ de agua por tonelada de sustancia seca. Esto corresponde a una relación W/F de 4,5.

- 40 Ejemplo 1B. Separación cromatográfica SMB de 3 perfiles y 3 bucles de melaza de remolacha - ejemplo de referencia

El equipo del procedimiento incluye tres columnas conectadas en serie, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, medios de control de flujo para los líquidos que salen, así como válvulas de entrada y de producto para las corrientes de los distintos procedimientos. La altura de

todas las columnas era de 5 m y el diámetro era de alrededor de 0,2 m. Las columnas estaban empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte (Finex V09C) en forma de Na^+ . El tamaño medio de partícula de la resina era de alrededor de 0,37 mm. El contenido de DVB de la resina era de 4,5%.

- 5 Antes de la separación, la melaza se filtró con filtro de precapa después de la carbonatación usando tierra de diatomeas como ayuda de filtro. La alimentación estaba compuesta como se expone a continuación, por lo que los porcentajes se dan en base al peso de sustancia seca.

Tabla E1B-1

Composición de la alimentación	
Sacarosa, % en DS	60,4
Betaína, % en DS	5,1
Oligosacáridos, % en DS	3,9
Otros (principalmente sales), % en DS	30,6
Concentración de la alimentación, g/100 mL	74,9

- 10 El fraccionamiento se realizó según el Ejemplo 1 del documento US 6 572 775 B2 por medio de una secuencia de SMB de 8 etapas como se describe a continuación. El objetivo de la separación era separar la sacarosa y la betaína contenidas en él. La alimentación y el eluyente se usaron a una temperatura de 75°C y se usó como eluyente agua de intercambio iónico.

Etapa 1: se bombearon 9,0 L de alimentación a la columna 2 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción 1 de reciclado de la columna 1.

- 15 Etapa 2: se bombearon 11,0 L de alimentación a la columna 2 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 1.

Etapa 3: se bombearon 16,0 L de agua a la columna 2 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 1.

- 20 Etapa 4: se bombearon 5,5 L de agua a la columna 2 con un caudal de 70 L/h, y se recogió la fracción de reciclado 2 de la columna 1.

Etapa 5: se bombearon 10,0 L de agua a la columna 3 con un caudal de 40 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 1. Simultáneamente, se hicieron circular 8,0 L en el bucle formado con la columna 2 con un caudal de 70 L/h.

- 25 Etapa 6: se bombearon 5 L de agua a la columna 1 con un caudal de 40 L/h, y se recogió betaína de la columna 1. Simultáneamente, se bombearon 5,0 L de agua a la columna 2 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 2. También simultáneamente, se bombearon 5,0 L de agua a la columna 3 con un caudal de 75 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 3.

- 30 Etapa 7: se bombearon 15 L de agua a la columna 1 con un caudal de 40 L/h, y se recogió la betaína de la columna 1. Simultáneamente, se bombearon 21,0 L de agua a la columna 2 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 2. También simultáneamente, se bombearon 21,0 L de agua a la columna 3 con un caudal de 75 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 3.

- 35 Etapa 8: se hicieron circular 11,0 L en el bucle de columnas formado con la columna 1 con un caudal de 45,0 L/h. Simultáneamente, se hicieron circular 11,0 L en el bucle de columnas, formado con la columna 2 con un caudal de 22,0 L/h. También, simultáneamente, se hicieron circular 10,5 L en el bucle de columnas, formado con la columna 3, con un caudal de 75,0 L/h.

- 40 El sistema y la forma iónica de la resina se equilibraron durante 13 secuencias, y se retiraron del sistema las siguientes fracciones: una fracción residual de las columnas 1, 2, 3, una fracción de reciclado de la columna 1, una fracción de producto de sacarosa de la columna 1 y una fracción de producto de betaína de la columna 1. Los resultados que incluyen análisis de HPLC de las fracciones combinadas se exponen en la tabla E1B-2 a continuación. La tabla E1B-3 muestra los resultados de la separación calculados a partir de los volúmenes de etapa, dimensiones de la columna y resultados de HPLC.

Tabla E1B-2

	Fracción residual combinada	Reciclado combinado	Sacarosa combinada	Betaína combinada
Volumen, l	67,0	14,5	27,0	15,0
Sustancia seca, g/100 mL	8,8	14,2	22,0	5,2
Sacarosa, % en DS	23,5	79,3	96,0	20,7
Betaína, % en DS	5,9	3,2	0,6	36,6
Otros, % en DS	70,6	17,5	3,4	42,7

Tabla E1B-3

Parámetros de la separación	
% de rendimiento de sacarosa	78,7
% de rendimiento de betaína	42,7
Carga de alimentación, Kg DS/m ³	31,2
Relación agua/alimentación	5,2
Tiempo de la secuencia, min	94,7
Capacidad de producto, kg DS/m ³ h	17,0

- 5 La fracción de reciclado necesita concentración antes de mezclar con la alimentación para obtener la deseada sustancia seca de alimentación.

Ejemplo 1C. Separación SMB de 3 perfiles y 3 bucles de melaza de remolacha - ejemplo de referencia.

- 10 El equipo del procedimiento incluye tres columnas conectadas en serie, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, una bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, medios de control de flujo para los líquidos que salen, así como válvulas de entrada y de producto para las distintas corrientes del procedimiento. La altura de todas las columnas era de 5 m y el diámetro era de 0,2 m. Las columnas estaban empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte (Finex) en forma de Na⁺. El tamaño medio de partícula de la resina era de alrededor de 0,36 mm. El contenido de DVB de la resina era de 5,5%.

- 15 Antes de la separación, la melaza se filtró con filtro de precapa después de la carbonatación usando tierra de diatomeas como ayuda de filtro. La alimentación estaba compuesta como se expone a continuación, por lo que los porcentajes se dan en base al peso de sustancia seca.

Tabla E1C-1

Composición de la alimentación	
Sacarosa, % en DS	59,6
Betaína, % en DS	5,6
Otros, % en DS	34,8
Concentración de la alimentación, g/100 mL	75,4

- 20 El fraccionamiento se realizó según el Ejemplo 3 del documento US 6 093 326 por medio de la secuencia de SMB de 5 etapas como se expone a continuación. El objetivo de la separación era separar la sacarosa y betaína contenidas en él. La alimentación y el eluyente se usaron a una temperatura de 75°C y se usó agua de intercambio iónico como eluyente.

- 25 Etapa 1: se bombearon 9 L de alimentación a la columna 1 con un caudal de 35 L/h, y se recogió una fracción de reciclado 1 de la columna 3. Se bombearon 11,0 L de alimentación a la columna 1 con un caudal de 35 L/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 3.

Etapa 2: se bombearon 16 L de agua a la columna 1 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 3. A continuación se bombearon 4 L de agua a la columna 1 con un caudal de 70 L/h y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 3.

Etapa 3: se hicieron circular 8 L alrededor de la columna 1 con un caudal de 70 L/h, y se bombearon 10 L de agua a la columna 2 con un caudal de 40 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 3.

Etapa 4: se bombearon 26 L de agua a la columna 1 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción residual de columna 1. Se bombearon 26 L de agua a la columna 2 con un caudal de 75 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 2. Se bombearon 15 L de agua a la columna 3 con un caudal de 40 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 3 seguido del bombeo de 5 L de agua con un caudal de 40 L/h a la columna 3 y la recogida de la fracción residual de la columna 3.

Etapa 5: se hicieron circular 11 L en el bucle formado alrededor de la columna 1 con un caudal de 22 L/h. se hicieron circular 12 L en el bucle formado alrededor de la columna 2 con un caudal de 75 L/h. Se hicieron circular 11 L en el bucle formado alrededor de la columna 3 con un caudal de 70 L/h de flujo.

El sistema y la forma iónica de la resina se equilibraron repitiendo secuencias de las 5 etapas anteriormente mencionadas hasta que se había alcanzado el equilibrio, y se retiraron las siguientes fracciones del sistema: fracciones residuales de las columnas 1, 2, 3, una fracción de reciclado de la columna 3, una fracción de producto de sacarosa de la columna 3 y una fracción de producto de betaína de la columna 3. Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas se exponen en la tabla E1C-2 a continuación. La Tabla E1C-3 muestra los resultados de la separación calculados a partir de los volúmenes de etapa, dimensiones de la columna y resultados de HPLC.

Tabla E1C-2

	Fracción residual combinada	Reciclado combinado	Sacarosa combinada	Betaína combinada
Volumen, l	77,0	13,0	27,0	15,0
Concentración, g/100 mL	8,1		25,2	7,1
Sacarosa, % en DS	16,7		92,7	45,9
Betaína, % en DS	8,8		0,7	22,9
Otros, % en DS	74,5		6,6	31,2

Tabla E1C-3

Parámetros de la separación	
% de rendimiento de sacarosa	81,9
% de rendimiento de betaína	31,7
Carga de alimentación, Kg DS/m ³	32,0
Relación agua/alimentación	6,6
Tiempo de la secuencia, min	110,6
Capacidad de producto, kg DS/m ³ h	15,3

En este ejemplo, se retiró demasiado reciclado para la dilución de la melaza y, por lo tanto, la fracción de reciclado necesita concentración antes de mezclar con la alimentación para obtener la deseada concentración de alimentación.

Ejemplo 2

Separación SMB de tres perfiles de jarabe verde bajo - recuperación de sacarosa y betaína.

El equipo del procedimiento incluye 6 columnas, tubería requerida, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, una bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, depósitos de alimentación y eluyente y de producto, medios de control de flujo de los líquidos que salen, así como válvulas de entrada y de producto para las diversas corrientes del procedimiento. La altura de todas las columnas es de 4,0 m, el diámetro de todas las columnas es de 5,15 m, y la primera columna está hecha de dos compartimentos con el mismo tamaño. Las columnas están empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte (Dowex monosphere 99K/350) en forma de Na⁺. El tamaño medio de partícula de la resina es 0,35 mm.

Antes de la separación, el jarabe verde bajo se diluye con una fracción de reciclado (obtenida de la separación) y se carbonata con carbonato de sodio para reducir el nivel de calcio de la disolución. Finalmente, el jarabe verde bajo se filtra con filtro de precapa usando tierra de diatomeas como ayuda de filtración.

La alimentación estaba compuesta como se expone a continuación, por lo que los porcentajes se dan en base al peso de sustancia seca.

Tabla E2-1

Composición de la alimentación	
pH de la alimentación	9,5
Sustancia seca de la alimentación, g/100 g	50,0
Sacarosa, % en DS	72,0
Betaína, % en DS	4,5
Otros, % en DS	23,5

- 5 El fraccionamiento se realiza por medio de una secuencia de SMB de 10 etapas tal como se expone a continuación. La alimentación y el eluyente se usan a una temperatura de 80°C, y se usa un condensado de evaporación como eluyente.

Etapas 1: se bombean 8,8 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 185 m³/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 6.

- 10 Etapas 2: se bombean 6,2 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 180 m³/h, y se recoge una fracción residual de la misma columna. Simultáneamente, se bombean 6,2 m³ de eluyente a la columna 2 con un caudal de 180 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 3. También simultáneamente, se bombean 6,2 m³ de eluyente a la columna 4 con un caudal de 180 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 5. También simultáneamente, se bombean 9,0 m³ de eluyente a la columna 6 con un caudal de 225 m³/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la misma columna.

- 15 Etapas 3: se bombean 9,0 m³ de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 180 m³/h, y se recoge una fracción residual de la misma columna. Simultáneamente, se bombean 5,0 m³ de eluyente a la columna 2 con un caudal de 100 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 3. También simultáneamente, se bombean 5,0 m³ de eluyente a la columna 4 con un caudal de 100 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 5. También simultáneamente, se bombean 12,0 m³ de eluyente a la columna 6 con un caudal de 225 m³/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la misma columna.

- 20 Etapas 4: se bombean 4,0 m³ de eluyente a la columna 6, con un caudal de 190 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 3. Simultáneamente, se bombean 4,0 m³ de eluyente a la columna 4 con un caudal de 190 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 5.

- 25 Etapas 5: se hacen circular en bucle 7,2 m³ con un caudal de 195 m³/h en un bucle formado por todas las columnas. Hay tres perfiles de separación en el bucle.

Etapas 6: se bombean 15,0 m³ de eluyente a la columna 1 con un caudal de 190 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 6.

- 30 Etapas 7: se bombean 5,0 m³ de eluyente a la columna 1 con un caudal de 110 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 2. Simultáneamente, se bombean 9,0 m³ de eluyente a la columna 3 con un caudal de 210 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 4. También simultáneamente, se bombean 9,0 m³ de eluyente a la columna 5 con un caudal de 210 m³/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 6.

- 35 Etapas 8: se bombean 10,0 m³ de eluyente a la columna 1 con un caudal de 210 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombean 10,0 m³ de eluyente a la columna 3 con un caudal de 210 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 4. También simultáneamente, se bombean 10,0 m³ de eluyente a la columna 5 con un caudal de 210 m³/h, y se recoge una fracción residual de la columna 6.

- 40 Etapas 9: se bombean 9,5 m³ de eluyente a la columna 1 con un caudal de 205 m³/h, y se recoge una fracción de reciclado de la columna 2. Simultáneamente, se hacen circular en forma de bucle 6,6 m³ con un caudal de 140 m³/h en un bucle formado por las columnas 3 y 4. También simultáneamente, se hacen circular en forma de bucle 6,6 m³ con un caudal de 140 m³/h en un bucle formado por las columnas 5 y 6.

- 45 Etapas 10: se hacen circular en forma de bucle 17,2 m³ con un caudal de 210 m³/h en un bucle formado por las columnas 1 y 2. Simultáneamente, se hacen circular en forma de bucle 13,6 m³ con un caudal de 130 m³/h en un bucle formado por las columnas 3 y 4. También simultáneamente, se hacen circular en forma de bucle 13,6 m³ con un caudal de 130 m³/h en un bucle formado por las columnas 5 y 6.

Después de equilibrio del sistema, se recogen las fracciones residuales, fracciones de sacarosa y fracciones de betaína. Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas se exponen en la tabla a

continuación.

Tabla E2-2

	Fracción residual combinada	Reciclado combinado	Sacarosa combinada	Betaína combinada
Volumen, m ³	63,2	7,2	29,8	50,4
Sustancia seca, % en peso	3,7	15,3	29,9	2,5
Sustancia seca, g/100 mL	3,7	16,3	33,6	2,5
Sacarosa, % en DS	27,3	40,8	94,5	4,3
Betaína, % en DS	1,4	0,0	0,0	50,9
Otros, % en DS	71,3	59,2	5,5	44,8

5 El rendimiento total calculado a partir de estas fracciones es 93,2% de sacarosa y 95,0% de betaína. La capacidad de separación para el fraccionamiento es de 54 kg de sustancia seca por hora por m³ de la resina y la relación de agua eluyente a la alimentación de sustancia seca es de 8,6 m³ de agua por tonelada de sustancia seca. Esto corresponde a una relación W/F de 5,3.

10 Cuando los resultados se comparan con el ejemplo 1A, se puede ver que la capacidad de separación ha sido mejorada más del 40% debido a un tiempo de secuencia reducido (un modo con tres perfiles de separación en un bucle, una alta carga de alimentación y un intervalo de agua minimizado entre los perfiles). Además, se puede ver una clara mejora en la pureza de la fracción de sacarosa y sólo una pequeña disminución de la relación de agua eluyente a la sustancia de alimentación y de la relación W/F.

Ejemplo 3. Separación cromatográfica SMB de 3 perfiles y 3 bucles de melaza de remolacha (jarabe verde bajo) – recuperación de sacarosa y betaína.

15 El equipo del procedimiento incluía seis columnas conectadas en serie, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, una bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, medios de control de flujo para los líquidos entrantes así como válvulas de entrada y de producto para las distintas corrientes del procedimiento. La altura de todas las columnas era de 4 m y el diámetro era de 0,111 m. Las columnas consistían en dos partes de 2 m cada una. Las columnas se empaquetaron con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel ácido fuerte (resina Dowex 99K350) en forma de Na⁺. El tamaño medio de partícula de la resina era 0,35 mm. El contenido de DVB de la resina era aproximadamente 6%.

20 Antes de la separación la melaza se filtró con filtro de precapa usando tierra de diatomeas como ayuda de filtro. La alimentación estaba compuesta como se expone a continuación, por lo que los porcentajes se dan en base al peso de sustancia seca.

25 Tabla E3-1

Composición de jarabe verde bajo	
Sacarosa, % en DS	70,4
Betaína, % en DS	5,1
Trisacáridos, % en DS	2,6
Disacáridos, % en DS	0,1
Glucosa, % en DS	0,2
Fructosa, % en DS	0,3
Inositol, % en DS	0,2
Glicerol, % en DS	0,1
Otros (principalmente sales), % en DS	21,0

Tabla E3-2

Composición de la alimentación	
Sacarosa, % en DS	66,8
Betaína, % en DS	5,4
Trisacáridos, % en DS	3,5
Otros (principalmente sales), % en DS	24,3
Conductividad, ms/cm	13,5
Concentración de la alimentación, g/100 mL	61,2

- El fraccionamiento se efectuó por medio de una secuencia de SMB de 11 etapas como se expone a continuación. El objetivo de la separación era separar la sacarosa y betaína contenidas en ella. La alimentación y el eluyente se usaron a una temperatura de 80°C y se usó agua de intercambio iónico como eluyente.
- 5 Etapa 1: se bombearon 6,3 L de alimentación a la columna 1 con un caudal de 55 L/h y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 6 (la última columna).
- 10 Etapa 2: se bombearon 2,4 L de alimentación a la columna 1 con un caudal de 34 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 1. Simultáneamente, se bombearon 2,0 L de agua a la columna 2 con un caudal de 28,5 L/h y se recogió una fracción de betaína de la columna 3. También simultáneamente, se bombearon 2,8 L de agua a la columna 4 con un caudal de 40 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 5. También simultáneamente, se bombearon 5,8 L de agua a la columna 6 con un caudal de 85 L/h, y se recogió sacarosa de la columna 6 (la última columna).
- 15 Etapa 3: se bombearon 2,5 L de alimentación a la columna 1 con un caudal de 42 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 1. Simultáneamente, se bombearon 5,1 L de agua a la columna 2 con un caudal de 85 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 3. También simultáneamente, se bombearon 3,6 L de agua a la columna 4 con un caudal de 60 L/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 4. También simultáneamente, se bombearon 1,5 L de agua a la columna 6 con un caudal de 25 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 5.
- 20 Etapa 4: se bombearon 2,5 L de alimentación a la columna 1 con un caudal de 47 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 1. Simultáneamente, se bombearon 3,1 L de agua a la columna 2 con un caudal de 58 L/h y se recogió una fracción de reciclado de la columna 3. También simultáneamente, se bombearon 3,7 L de agua a la columna 4 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 4. También simultáneamente, se bombearon 1,0 L de agua a la columna 6 con un caudal de 19 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 5.
- 25 Etapa 5: se bombearon 0,4 L de alimentación a la columna 6 con un caudal de 10,5 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 1. Simultáneamente, se bombearon 3,2 L de agua a la columna 2 con un caudal de 85 L/h y se recogió una fracción de reciclado de la columna 3. También simultáneamente, se bombearon 2,2 L de agua a la columna 4 con un caudal de 58 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 5.
- 30 Etapa 6: se hicieron circular 6,8 L en el bucle de columnas, formado con las columnas 1, 2, 3, 4, 5 y 6 con un caudal de 70 L/h.
- Etapa 7: se bombearon 3,3 L de agua a la columna 1 con un caudal de 70 L/h y se recogió una fracción de PARTE de la columna 4. Simultáneamente se hicieron circular 3,3 L en el bucle de columnas, formado por las columnas 5 y 6 con un caudal de 70 L/h.
- 35 Etapa 8: se bombeó 1,0 L de agua a la columna 1 con un caudal de 70 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 6.
- Etapa 9: se bombearon 2,0 L de agua a la columna 1 con un caudal de 22,5 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombearon 5,4 de agua a la columna 3 con un caudal de 61 L/h y se recogió una fracción de betaína de la columna 4. También simultáneamente, se bombearon 6,5 L de agua a la columna 5 con un caudal de 73 L/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 6.
- 40 Etapa 10: se bombearon 9,5 L de agua a la columna 1 con un caudal de 80 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombearon 3,3 de agua a la columna 3 con un caudal de 28 L/h y se recogió una fracción residual de la columna 4. También simultáneamente, se bombearon 2,3 L de agua a la columna 5 con un caudal de 73 L/h, y se recogió una fracción residual de la columna 6.
- 45 Etapa 11: se hicieron circular 5,0 L en el bucle de columnas formado con las columnas 1 y 2 con un caudal de 45,5

L/h. Simultáneamente, se hicieron circular 5,0 L en el bucle de columnas formado con las columnas 3 y 4, con un caudal de 45,5 L/h. También simultáneamente, se hicieron circular 5,7 L en el bucle de columnas formado con las columnas 5 y 6, con un caudal de 52 L/h.

- 5 El sistema y la forma iónica de la resina se equilibraron con 10-18 secuencias y se retiraron del sistema las siguientes fracciones: una fracción residual de las columnas 1, 2, 3, 4, 5 y 6, una fracción de reciclado de la columna 3, fracciones de producto de sacarosa de las columnas 4 y 6 y fracciones de producto de betaína de las columnas 3, 4, 5 y 6. Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas se exponen en la tabla E3-3. En el ensayo se recogió la fracción de PARTE de la columna 4. La etapa de alimentación de PARTE se usó de tal modo que la fracción de PARTE no redujera las purezas de las fracciones de sacarosa o betaína. La tabla E3-4 muestra los resultados de separación calculados de los volúmenes de etapa, dimensiones de columna y resultados de HPLC.

Tabla E3-3

	Fracción residual combinada	Reciclado combinado	Sacarosa Columna 4	Sacarosa columna 6	Sacarosa combinada	Betaína combinada
Volumen, l	33,5	6,3	7,3	12,1	19,4	18,8
Concentración, g/100 mL	5,0	12,1	36,1	22,6	27,7	3,9
Sacarosa, % en DS	13,3	36,0	95,2	93,5	94,6	7,2
Betaína, % en DS	3,2	7,5	0,1	0,0	0,0	46,0
Otros, % en DS	83,5	56,5	4,7	6,5	5,4	46,8

Tabla E3-4

Parámetros de separación	
Rendimiento de sacarosa, %	94,9
Rendimiento de betaína, %	86,0
Carga de alimentación, kg DS/m ³	36,7
Relación agua/alimentación, -	4,7
Tiempo de la secuencia, min	48,7
Capacidad de producto, kg DS/m ³ h	41,2

- 15 Debido a las limitaciones de caudal a escala piloto, a escala de planta es posible efectuar el procedimiento mucho más rápido, lo que daría una capacidad de 56-67 kg DS/m³h.

- 20 El cálculo de dónde terminaba la sustancia seca de la PARTE reciclada se efectuó suponiendo que la sustancia seca tiene un volumen inicial del 56% del volumen del lecho dado que en este caso la parte es principalmente betaína. También se tuvo en cuenta empíricamente el ensanchamiento de banda. El movimiento de la PARTE reciclada se calculó restando el volumen de una etapa del volumen inicial de la columna comenzando por la etapa en la que el eluyente se reemplazó con la disolución de reemplazo de eluyente. Se calculó que la PARTE abandonará el sistema en la fracción de reciclado. Este método es muy preciso para el movimiento frontal del perfil de la PARTE.

- 25 Ejemplo 4. Separación SMB de 3 bucles/3 perfiles de licor residual de sulfito de Mg²⁺ (MgSSL) - recuperación de xilosa

- 30 El equipo del procedimiento incluye seis columnas conectadas en serie, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, una bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, tuberías requeridas, depósitos requeridos, medios de control de flujo de los líquidos que salen, así como válvulas de entrada y de producto para las distintas corrientes del procedimiento. La altura de todas las columnas es de 3,3 m y cada columna tiene un diámetro de 0,11 m. Las columnas están empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte (fabricada por Finex) en forma de Mg²⁺. El contenido de divinilbenceno de la resina es 6,5% y el tamaño medio de partícula de la resina es 0,38 mm.

- 35 Antes de la separación, el licor residual de sulfito de Mg²⁺ se filtra con filtro de precapa usando Arbocel B800 como ayuda de filtración. La sustancia seca de alimentación se ajusta entonces con agua de intercambio iónico a 48g/100g y el pH del licor de alimentación es 3,1. La alimentación está compuesta como se expone a continuación, por lo que los porcentajes se dan en base al peso de sustancia seca.

Tabla E4-1

Composición de la alimentación	
Glucosa, % en DS	2,1
Xilosa, % en DS	15,2
Galactosa + ramnosa, % en DS	1,7
Arabinosa + manosa, % en DS	1,7
Otros, % en DS	79,3

El fraccionamiento se realiza por medio de una secuencia de SMB de 12 etapas tal como se expone a continuación. El objetivo de la separación es separar la xilosa contenida en ella. La alimentación y el eluyente se usan a una temperatura de 65°C y se usa agua de intercambio iónico como eluyente.

- 5
- Etapas 1: se bombean 1,4 L de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 77 L/h, y se recoge una fracción de reciclado de la columna 2. Simultáneamente se hacen circular 1,4 L en el bucle de columnas formado con las columnas 3 y 4, con un caudal de 77 L/h. También simultáneamente, se hacen circular 1,4 L en el bucle de columnas formado con las columnas 5 y 6, con un caudal de 77 L/h.
- 10
- Etapas 2: se bombean 1,7 L de disolución de alimentación a la primera columna con un caudal de 63 L/h, y se recoge una fracción de reciclado de la columna 4. Simultáneamente, se hacen circular 1,4 L en el bucle de columnas formado con las columnas 5 y 6, con caudal de 49 L/h.
- Etapas 3: se bombean 2,4 L de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 56 L/h, y se recoge una fracción de reciclado de la columna 6 (la última columna).
- 15
- Etapas 4: se bombean 1,4 L de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 63 L/h, y se recoge una fracción residual de la misma columna. Simultáneamente se bombean 1,4 L de eluyente a la columna 2 con un caudal de 63 L/h, y se recoge una fracción de xilosa de la columna 6.
- Etapas 5: se bombean 4,9 L de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 63 L/h y se recoge una fracción residual de la misma columna. Simultáneamente, se bombean 4,2 L de eluyente a la columna 2 con un caudal de 56 L/h, y se recoge una fracción residual de la columna 3. También simultáneamente, se bombean 2,8 L de eluyente a la columna 4 con un caudal de 38 L/h, y se recoge una fracción residual de la columna 5. También simultáneamente, se bombean 2,8 L de eluyente a la columna 6 con un caudal de 38 L/h, y se recoge una fracción de xilosa de la misma columna.
- 20
- Etapas 6: se bombean 2,1 L de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 63 L/h y se recoge una fracción residual de la columna 3. Simultáneamente, se bombean 2,8 L de eluyente a la columna 4 con un caudal de 84 L/h, y se recoge una fracción residual de la columna 5. También simultáneamente, se bombean 2,4 L de eluyente a la columna 6 con un caudal de 73 L/h, y se recoge una fracción de xilosa de la misma columna.
- 25
- Etapas 7: se bombea 1,0 L de disolución de alimentación a la primera columna con un caudal de 59 L/h, y se recoge una fracción de xilosa de la columna 6.
- 30
- Etapas 8: se bombea 1,0 L de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 59 L/h, y se recoge una fracción de reciclado de la columna 6.
- Etapas 9: se hacen circular 7,0 L en el bucle de columnas formado con las columnas 1 y 2, con un caudal de 59 L/h. Simultáneamente, se hacen circular 8,7 L en el bucle de columnas formado con las columnas 3 y 4, con un caudal de 77 L/h. También simultáneamente, se hacen circular 8,4 L en el bucle de columnas formado con las columnas 5 y 6, con un caudal de 73 L/h.
- 35
- Etapas 10: se bombean 4,2 L de eluyente a la primera columna con un caudal de 80 L/h y se recoge una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombean 4,2 L de eluyente a la columna 3 con un caudal de 80 L/h y se recoge una fracción residual de la columna 4. También simultáneamente, se bombean 4,2 L de eluyente a la columna 5 con un caudal de 80 L/h y se obtiene una fracción residual de la columna 6.
- 40
- Etapas 11: se bombean 1,4 L de eluyente a la columna 5 con un caudal de 77 L/h, y se recoge una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombean 1,4 L de eluyente a la columna 3 con un caudal de 77 L/h, y se recoge una fracción residual de la columna 4.
- Etapas 12: se hacen circular 4,9 L en el bucle de columnas formado con las columnas 1 y 2, con un caudal de 84 L/h. Simultáneamente, se hacen circular 3,5 L en el bucle de columnas formado con las columnas 3 y 4, con un caudal de 59 L/h. También simultáneamente, se hacen circular 4,2 L en el bucle de columnas formado con las columnas 5 y 6, con un caudal de 73 L/h.
- 45

Después del equilibrado del sistema repitiendo la secuencia de separación de 10 a 18 veces, se extraen del sistema las siguientes fracciones: una fracción residual de todas las columnas, fracciones de reciclado de las columnas 2, 4 y 6 y fracciones de producto de xilosa de la columna 6 (la última columna). Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas residual, de reciclado y de xilosa se exponen en la tabla a continuación.

5

Tabla E4-2

	Fracción residual combinada	Reciclado combinado	Xilosa combinada
Volumen, l	33,4	6,6	7,7
Sustancia seca, g/100 mL	18,0	25,8	23,5
Glucosa, % en DS	1,1	2,9	4,6
Xilosa, % en DS	1,2	24,5	52,9
Galactosa + ramnosa, % en DS	0,1	3,1	5,6
Arabinosa + manosa, % en DS	0,3	2,6	5,6
Otros, % en DS	97,3	66,9	31,3

El rendimiento total de xilosa calculado a partir de estas fracciones es 93%. El tiempo de secuencia para la separación en el ejemplo es sólo 30,3 minutos y la capacidad de separación calculada a partir de las fracciones combinadas residual y de xilosa está por encima de 80 kg/h/m³. La relación W/F (de agua a alimentación, vol/vol) para la separación es 2,0.

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de separación y recuperación de por lo menos un producto de una disolución de alimentación que contiene por lo menos un compuesto de producto seleccionado de azúcares, alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, ácidos orgánicos y betaína, por lo que el procedimiento se lleva a cabo en un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado (SMB) secuencial, que comprende una pluralidad de columnas que contienen uno o más lechos fijos parciales, en el que las columnas forman uno o más bucles, que comprende crear tres perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, por lo que dichos tres perfiles de separación sucesivos están simultáneamente presentes en el sistema, y cada perfil de separación comprende por lo menos un subperfil de producto, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles,
 5 mover dichos tres perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación predeterminada, y
 10 recuperar por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de producto de una columna y recuperar también por lo menos otra fracción de una o más de otras columnas del sistema, por lo que dicha por lo menos una fracción adicional es una fracción de producto adicional enriquecida en el mismo compuesto de producto y/o una fracción de reciclado que contiene el mismo compuesto de producto.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de producto y dicha por lo menos una fracción adicional se recuperan del mismo perfil de separación durante más de una secuencia de separación o de más de un perfil de separación durante la misma secuencia de separación.
 20
3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha por lo menos una fracción de producto enriquecida en un compuesto de producto se recupera de la última columna del sistema.
4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha una o más de otras columnas se seleccionan de cualquier columna aguas arriba del sistema con respecto a la columna de la que se recupera dicha por lo menos una fracción de producto.
 25
5. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dichos tres perfiles de separación están presentes en un bucle formado por todas las columnas del sistema.
6. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha pluralidad de columnas forma tres bucles separados y un perfil de separación se mueve simultáneamente hacia adelante en cada bucle.
 30
7. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento comprende adicionalmente recuperar una o más fracciones adicionales enriquecidas en por lo menos un compuesto de producto adicional.
8. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 y 7, en el que dicho un compuesto de producto es un azúcar seleccionado de sacarosa y dicho compuesto de producto adicional es betaína.
9. Un procedimiento según la reivindicación 8, en el que el procedimiento comprende recuperar por lo menos una fracción de sacarosa de una columna y por lo menos una fracción adicional de sacarosa de una o más de otras columnas del sistema y también recuperar por lo menos una fracción de betaína de cualquier columna del sistema.
 35
10. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el azúcar es xilosa.
11. Un procedimiento según la reivindicación 10, en el que el procedimiento comprende recuperar por lo menos una fracción de xilosa de una columna y también recuperar por lo menos una fracción de xilosa adicional y/o por lo menos una fracción de reciclado que contiene xilosa de una o más de otras columnas del sistema.
 40
12. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha disolución de alimentación se selecciona de disoluciones basadas en remolacha azucarera, preferentemente jarabe verde bajo y melaza, e hidrolizados de madera, preferentemente licor residual de pasta de sulfito.
13. Un procedimiento según la reivindicación 1 para recuperar sacarosa y betaína de una disolución basada en remolacha azucarera en un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado (SMB) secuencial, que comprende una pluralidad de columnas que contienen uno o más lechos fijos parciales, en el que las columnas forman uno o más bucles, que comprende
 45 crear tres perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, por lo que dichos tres perfiles de separación sucesivos están simultáneamente presentes en el sistema, y cada perfil de separación comprende un subperfil de sacarosa, un subperfil de betaína, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles,
 50 mover dichos tres perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación

predeterminada, y

recuperar por lo menos una fracción de sacarosa de una columna y por lo menos una fracción de sacarosa adicional de una o más de otras columnas del sistema, y recuperar también una o más fracciones de betaína de cualquier columna del sistema.

5 14. Un procedimiento según la reivindicación 13, en el que la disolución basada en remolacha azucarera se selecciona de jarabe verde bajo, melaza, zumo espeso y zumo en bruto.

15. Un procedimiento según la reivindicación 13, en el que el contenido de sacarosa de las fracciones de sacarosa es más de 90%, preferentemente más de 92% y más preferentemente más de 94% en base a la sustancia seca (DS),

10 y en el que la cantidad de sustancia seca de dicha fracción de sacarosa adicional recuperada es más de 10%, preferentemente más de 30% y más preferentemente más de 50%, basado en la cantidad de sustancia seca de las fracciones de sacarosa combinadas recuperadas,

15 en el que el procedimiento proporciona a las fracciones de sacarosa combinadas un rendimiento de sacarosa de más de 90%, preferentemente más de 92%, y más preferentemente más de 94% basado en la sacarosa de la disolución de alimentación,

en el que el contenido de betaína de las fracciones de betaína es más de 35%, preferentemente más de 45% y más preferentemente más de 55% en DS y

en el que el rendimiento de betaína de la(s) fracción(es) de betaína es más de 85%, preferentemente más de 92% y más preferentemente más de 94%.

20 16. Un procedimiento según la reivindicación 1 para recuperar xilosa de un hidrolizado basado en plantas en un sistema cromatográfico de lecho móvil simulado secuencial, que comprende una pluralidad de columnas que contienen uno o más lechos fijos parciales, en el que las columnas forman uno o más bucles, que comprende

25 crear tres perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, por lo que dichos tres perfiles de separación sucesivos están simultáneamente presentes en el sistema, y cada perfil de separación comprende un subperfil de xilosa, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles,

mover dichos tres perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación predeterminada, y

30 recuperar por lo menos una fracción de xilosa de una columna y también recuperar por lo menos una fracción de xilosa adicional y/o por lo menos una fracción de reciclado que contiene xilosa de una o más de otras columnas del sistema.

17. Un procedimiento según la reivindicación 16, en el que el hidrolizado basado en plantas es un hidrolizado de hemicelulosa, preferentemente licor residual de pasta de sulfito.

18. Un procedimiento según la reivindicación 16, en el que el contenido de xilosa de la(s) fracción(es) de xilosa es más de 45%, preferentemente más de 50% y más preferentemente más de 55% en DS, y

35 en el que el procedimiento proporciona un rendimiento de xilosa de más de 85%, preferentemente más de 90% y más preferentemente más de 93% de la xilosa de la disolución de alimentación.

40 19. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento comprende adicionalmente introducir de nuevo una o más partes de dichos tres perfiles de separación en una o más posiciones de introducción de eluyente del sistema para substituir una porción del eluyente, en el que dichas partes comprenden componentes seleccionados de compuestos de producto y componentes residuales.