

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 516 192**

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 11762073 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.10.2014 EP 2552562**

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:

**30.10.2014**

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 2 516 192 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**

5 La invención se refiere a un procedimiento de recuperar sacarosa y betaína de jarabes derivados de remolacha azucarera por métodos cromatográficos multiperfil de lecho móvil simulado (SMB) secuenciales. El jarabe derivado de remolacha azucarera específicamente usado como material de partida en la invención es zumo espeso o zumo en bruto concentrado que tiene un alto contenido de sacarosa, típicamente un contenido de sacarosa de más de 85% en base a la sustancia seca.

**Antecedentes de la invención**

10 El documento US 6 875 349 B2 describe un método y un sistema para fraccionar una disolución basada en remolacha azucarera, tal como molasa y vinasa, 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 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  
15 fracciones de producto (columna 5, líneas 9 a 11). También se cita que se puede usar agua como eluyente y que se puede añadir agua 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 dentro de 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.

25 El Ejemplo 1 del documento US 6 875 349 B2 describe la separación SMB secuencial de dos perfiles de molasa 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 molasa 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.

30 El Ejemplo 4 del documento US 6 875 349 B2 describe la separación SMB secuencial de tres perfiles de molasa en un sistema de separación que comprende tres columnas separadas. El fraccionamiento se realiza en una secuencia de ocho etapas con una longitud de secuencia de 43 minutos. La molasa 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 molasa que contiene 59% de sacarosa. Se obtiene una fracción de sacarosa que tiene una pureza de 87,8%.

35 El documento US 6 224 683 B1 describe un procedimiento para purificar (desmineralizar) una disolución de azúcar de remolacha por un procedimiento cromatográfico de separación SMB para proporcionar una fracción de sacarosa purificada. El Ejemplo 1 describe la separación continua de una disolución que contiene sacarosa ablandada que contiene 93% de sacarosa, 4% de compuestos no sacarosa tales como sales, y 3% de otros compuestos orgánicos (otros sacáridos, betaína, aminoácidos, etc.) con un sistema SMB de 10 columnas para proporcionar una fracción de sacarosa y una fracción de no sacarosa. Se cita que la fracción de sacarosa tiene una recuperación de sacarosa de  
40 99,4%, una proporción de compuestos mixtos de no-sacarosa de 20% y una concentración (Bx) de sacarosa de 38.

45 El documento US 5 466 294 describe un método cromatográfico continuo de un solo perfil para separar sacarosa de un zumo en bruto blando obtenido de remolachas azucareras. El Ejemplo 1 describe la separación de zumo en bruto concentrado ablandado que contiene 88,6% de sacarosa y 1,2% de betaína. Se obtiene una fracción de sacarosa que tiene una pureza de sacarosa de 97,4% y un contenido de betaína de 0,9%. El procedimiento proporciona una muy baja capacidad de separación de 35 lbs de sustancia por pie cúbico de resina por día, que corresponde a 23,5 kg de sustancia seca por hora por m<sup>3</sup> de resina.

Los anteriormente descritos procedimientos de los documentos US 6 224 683 B1 y US 5 466 294 no recuperan betaína de zumo espeso o zumo en bruto.

50 El documento US 6 093 326 describe un método para el fraccionamiento de molasa por un sistema cromatográfico SMB, en el que se recuperan 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 molasa de remolacha con una etapa que comprende tres fases de reciclado.

55 Sin embargo, los procedimientos de separación SMB secuencial multiperfil para recuperar sacarosa y betaína de disoluciones basadas en remolacha azucarera que tienen un alto contenido de sacarosa (más de 85%) 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. Los componentes de producto se pueden seleccionar de sacarosa, betaína, rafinosa y ácido pirrolidonacarboxílico (PCA). Puede haber una o más fracciones de producto.

5 "Una fracción de residuo" o "una fracción residual" es una fracción que contiene principalmente componentes (tales como sales, componentes de color, ácidos orgánicos, aminoácidos, etc.) distintos de los componentes de producto, que se recuperan. Puede haber una o más fracciones de residuo. Los componentes de la fracción residual se denominan también "componentes residuales".

10 "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.

15 "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.

20 "Una etapa" comprende una o más de una fase de alimentación, una fase de elución y una fase de circulación y opcionalmente una fase de alimentación de una parte .

Durante la fase de alimentación, una disolución de alimentación se introduce en un lecho fijo parcial predeterminado o en 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 alimenta un eluyente a lechos fijos parciales predeterminados.

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

30 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 2010/097513 A1 y WO 2010/097511 A1 (US 2010-0212662 A1) al método 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.

En un sistema SMB secuencial, no todas las corrientes de fluido fluyen continuamente. Estas corrientes son : 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 PARTES.

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

40 "zumos en bruto concentrados" y "zumos espesos" se refieren a jarbes basados en remolacha azucarera (se presenta una definición más detallada de los mismos en "Descripción de la invención"). Un extracto de sacarosa de remolacha azucarera se denomina zumo en bruto, que se purifica para producir zumo delgado, denominado zumo espeso después de la evaporación.

"Un subperfil" es un perfil de concentración de un componente, también denominado pico del componente. Con respecto a la presente invención, "un subperfil de sacarosa" es el perfil de concentración de sacarosa, "un subperfil de betaína" es el perfil de concentración de betaína, y "un subperfil residual" es el perfil de concentración de los componentes residuales, que incluyen sales, componentes de color, ácidos orgánicos, aminoácidos, etc.

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 la alimentación de eluyente y disolución de alimentación y del flujo a través del lecho de resina, obtenido realizando/repitiendo la secuencia de separación.

"Una parte del perfil de separación" igual a "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 "Las colas" y "frente" se refiere al fenómeno en el que el pico gaussiano normal tiene un factor de asimetría distinto de 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.

- 5 "Un volumen de retención" (Rt) 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 fracciones de producto de sacarosa y betaína) a través de la columna.
- "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.
- 10 "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 y opcionalmente PARTES), que mueve un componente, un perfil de separación o sus partes a través de la(s) columna(s) de separación desde una predeterminada etapa en una secuencia de separación a otra etapa predeterminada en la misma o en las secuencias siguientes. El volumen de las etapas se calcula etapa a etapa 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).
- "Una posición de introducción de eluyente" se refiere a cualquier localización en el sistema cromatográfico en la que se puede introducir el eluyente.
- 20 "DS" se refiere al contenido de sustancia seca disuelta. Igual a "contenido de sustancia disuelta".
- "Pureza de un componente" se refiere al contenido del componente en DS.
- "Capacidad de separación" se refiere a la cantidad de sustancia disuelta (DS) en todas las fracciones de producto y fracciones residuales extraídas del sistema, expresadas como kg de DS/volumen de resina de separación (m<sup>3</sup>)/hora (h). El reciclado y la(s) PARTE(S) no están incluidas.
- 25 "La relación W/F" se refiere a la relación del volumen de agua eluyente al volumen de la alimentación.

### Descripción de la invención

- 30 La invención se refiere a un procedimiento de separar y recuperar betaína y sacarosa de zumo en bruto concentrado o zumo espeso que contiene más de 85% de sacarosa en DS y que contiene también betaína y componentes residuales en un sistema cromatográfico de lecho móvil (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 por lo menos dos perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, que contiene etapas que comprenden una o más de una fase de alimentación, una fase de elución y una fase de circulación, por lo que dichos por lo menos dos perfiles de separación sucesivos están presentes simultáneamente en el sistema, y cada perfil de separación comprende un subperfil de sacarosa, un subperfil de sacarina, un subperfil residual y opcionalmente otros subperfiles, por lo que el perfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación están solapados,
- mover dichos por lo menos dos perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación predeterminada, y
- 40 recuperar por lo menos una fracción de sacarosa, por lo menos una fracción de betaína que contiene también componentes residuales y opcionalmente una o más fracciones adicionales.
- 45 En la presente invención, dicho zumo en bruto concentrado y zumo espeso se refiere a un jarabe basado en remolacha azucarera que contiene más de 85%, preferentemente más de 90% de sacarosa en DS. El zumo en bruto y zumo espeso contienen también betaína en una cantidad de hasta 3% en DS, y preferentemente en el intervalo de 0,5% a 3% de betaína en DS. Además, el zumo en bruto concentrado y zumo espeso contienen componentes residuales (por ejemplo, sales, compuestos de color, ácidos orgánicos, aminoácidos, etc.) en una cantidad típica de menos del 8% en DS. Un ejemplo típico de un material de partida útil en la presente invención es un zumo espeso que contiene alrededor de 90% a 95% de sacarosa, de 0,8% a 1,5% de betaína y alrededor de 1% de cenizas (sales) de conductividad y de 2% a 8% de otros componentes orgánicos/inorgánicos.
- 50 En una realización preferida de la invención, se crean dos perfiles de separación en el sistema. En otra realización preferida de la invención, se crean tres perfiles de separación en el sistema.
- 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 de 3 a 12 columnas, preferentemente de 6 a 12 columnas.

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

10 Los lechos fijos parciales de las columnas se llenan con una resina de separación que se usa convencionalmente para la separación de betaína y sacarosa de disoluciones basadas en remolacha azucarera. Las resinas especialmente útiles son resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas (resinas SAC), que pueden estar en una forma monovalente o divalente, tal como en forma de  $H^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ , o  $Ca^{2+}$ . Una forma iónica preferida es una mezcla de  $Na^+$  y  $K^+$ . Para mantener la resina en la forma  $Na^+/K^+$ , se deben retirar los iones divalentes de la disolución de alimentación por ablandamiento.

15 Las resinas pueden ser resinas acrílicas o estirénicas que tienen un grado de reticulación en el 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 de partícula medio típico de las resinas es de 200 a 450  $\mu m$ .

20 Las columnas/lechos parciales fijos del sistema SMB forman uno o más bucles. En una realización 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 a la primera columna del sistema. En una realización preferida de la invención, el sistema comprende dos o tres bucles formados por las columnas del sistema por lo menos en algunas de las etapas de la secuencia de separación.

25 Un bucle puede ser cerrado o "abierto". En un bucle cerrado, se hace circular líquido y no se alimenta o retira esencialmente nada del bucle. En un bucle abierto, se puede introducir eluyente o alimentación o PARTE en el bucle y una fracción de producto o una fracción residual o una PARTE o una fracción de reciclado se pueden retirar de él. Durante la alimentación, la elución y la fase de alimentación de la parte, el flujo a través de los lechos fijos de material pueden 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.

El procedimiento 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.

30 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 fraccionamiento se efectúa creando el perfil de separación y moviendo el perfil de separación hacia adelante en el sistema SMB repitiendo la secuencia. La secuencia se tiene que repetir por lo menos dos o tres veces para eluir esencialmente el perfil por todo el sistema SMB. En una realización preferida de la invención, están presentes simultáneamente dos perfiles de separación en el sistema. En otra realización preferida de la invención, están presentes en el sistema tres perfiles de separación. El perfil de separación comprende un subperfil de sacarosa, un subperfil de betaína, un subperfil residual, y opcionalmente subperfiles adicionales.

35 Según el procedimiento de la invención, hay solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual de perfiles de separación sucesivos. En otras palabras, hay solapamiento entre el subperfil de betaína de un perfil de separación y el subperfil residual del siguiente perfil de separación. En consecuencia, la fracción de betaína recuperada está enriquecida en betaína y componentes residuales de los sucesivos perfiles de separación (betaína de un perfil de separación y componentes residuales del siguiente perfil de separación).

40 En una realización de la invención, dichos por lo menos dos perfiles de separación están presentes en el mismo bucle. En una realización específica de la invención, dichos por lo menos dos perfiles de separación están presentes en un bucle formado por todas las columnas del sistema.

45 En una realización adicional de la invención, el procedimiento puede comprender una etapa en la que las columnas de dos bucles separados y un perfil de separación se mueven hacia adelante en cada bucle, es decir, un perfil de separación está presente en cada dos bucles. En otra realización 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 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 simultánea y preferentemente en cada bucle. Las disposiciones de dos bucles y tres bucles facilitan la retirada ventajosa del color a las fracciones residuales.

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

55 El volumen de alimentación se selecciona de modo que el sistema SMB es capaz de separar sacarosa de betaína y sales con rendimientos deseados para proporcionar fracciones de producto con una pureza deseada. En una

realización de la invención, el volumen de alimentación puede ser de 6 a 15% del volumen total del lecho.

La concentración de 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.

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

En una realización preferida de la invención, la cantidad de eluyente en la fase de elución se ajusta en base a los volúmenes de retención de betaína y componentes residuales para obtener solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación.

10 En otra realización preferida de la invención, la cantidad de eluyente en la fase de elución se ajusta en base a los volúmenes de retención de sacarosa y componentes residuales para obtener no-solapamiento de sacarosa y componentes residuales de sucesivos perfiles de separación.

Los volúmenes de retención de sacarosa, betaína y componentes residuales 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.

15 En la separación de jarabes basados en remolacha azucarera con resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas en una forma monovalente que tienen un contenido de DVB de 6 a 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 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  
20 entre 28 y 34% del volumen del lecho de resina, que es igual al volumen inicial del lecho de resina.

No hay intervalos de agua entre sucesivos perfiles a la salida del sistema y hay solapamiento entre los sucesivos perfiles de separación, al contrario que en el documento US 6.875.349 B2. Especialmente, hay solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación, lo que facilita un mayor contenido de sustancia seca en las fracciones recuperadas. Esto proporciona la ventaja de un ahorro considerable en energía de evaporación, es decir, se requiere menos energía para concentrar las fracciones recuperadas.  
25

Los modos de tres perfiles y dos perfiles de la presente invención proporcionan, como ventaja adicional, cortos tiempos de secuencia. En el modo de tres perfiles de la presente invención, el tiempo de secuencia puede ser, por ejemplo, 30 minutos. En el modo de dos perfiles de la invención, el tiempo de secuencia puede ser, por ejemplo, 47 minutos. Para referencia, un modo de un solo perfil tardaría alrededor de dos veces 47 minutos, es decir, alrededor  
30 de 94 minutos. El tiempo de secuencia puede ser considerablemente más corto, si se usa una más corta longitud de lecho del lecho de resina.

Finalmente, el procedimiento de la invención comprende recuperar por lo menos una fracción de sacarosa, por lo menos una fracción de betaína que contiene también componentes residuales del siguiente perfil de separación, y opcionalmente una o más fracciones adicionales. Dichas fracciones adicionales se pueden seleccionar de una o más fracciones residuales y una o más fracciones de reciclado. Dichas fracciones residuales pueden estar enriquecidas en componentes residuales de zumo en bruto concentrado y zumo espeso, componentes residuales que comprenden sales así como compuestos de color, ácidos orgánicos, aminoácidos, etc. Dichas fracciones adicionales pueden comprender también, por ejemplo, una o más fracciones de reciclado, que se hacen circular de nuevo a la separación para diluir la alimentación.  
35

40 La fracción de sacarosa y la fracción de betaína enriquecida en betaína y que contiene también componentes residuales se pueden recoger de una o más columnas seleccionadas del sistema. En una realización preferida de la invención, la fracción de sacarosa se recoge de una o más columnas.

En una realización de la invención, por lo menos una fracción de sacarosa se recupera de una columna y por lo menos una fracción de sacarosa adicional se recupera de una o más de otras columnas del sistema.

45 En otra realización de la invención, dicha por lo menos una fracción de betaína se recupera de una columna y por lo menos una fracción de betaína adicional se recupera de una o más de otras columnas del sistema.

Dicha una o más de otras columnas se seleccionan preferentemente de cualquier columna aguas arriba del sistema con respecto a la columna de la que se recupera dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína.

50 En una realización adicional de la invención, dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína y dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína adicional se recuperan del mismo perfil de separación durante más de una secuencia de separación.

En una realización aún más adicional de la invención, dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína y dicha por lo menos fracción adicional de sacarosa/betaína se recuperan de más de un perfil de separación durante la misma secuencia de separación.

Dicha por lo menos una fracción de sacarosa y dicha por lo menos una fracción de betaína se recuperan preferentemente de la última columna del sistema.

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

- 5 Sorprendentemente, se encontró que el solapamiento del subperfil de betaína y el subperfil residual de perfiles sucesivos de separación según la presente invención hizo que fuera posible ajustar dos o incluso tres perfiles de separación en el sistema SMB. Además, se encontró que recoger fracciones de producto y/o fracciones de reciclado de varias columnas (varias posiciones del sistema) era también beneficioso para ajustar dichos dos o tres perfiles en el sistema.
- 10 También se encontró sorprendentemente que se redujo el frente del subperfil de sacarosa, obviamente por el motivo de que el material de partida con una alta pureza de sacarosa (>85%) ya tiene un significativamente menor contenido de sal comparado con, por ejemplo, la molasa. En consecuencia, el subperfil de sacarosa y todo el perfil de separación permanece ventajosamente estrecho durante el fraccionamiento, lo que ayuda adicionalmente a ajustar dos e incluso tres perfiles de separación en el sistema SMB.
- 15 Las operaciones adicionales para facilitar el ajuste de tres perfiles en el sistema SMB y la recuperación de las fracciones de producto (especialmente sacarosa y betaína) con un alto rendimiento y pureza están relacionadas con la retirada de fracciones residuales. Las fracciones residuales que contienen cantidades minoritarias de sacarosa (tal como de 1 a 50% de sacarosa en DS) se retiran de las columnas, preferentemente de todas las columnas. En otras palabras, la fracción residual se retira de las columnas tan pronto como la sacarosa está suficientemente separada de ella. En consecuencia, el tamaño del subperfil residual (subperfil de sal) disminuirá mientras avanza el fraccionamiento, lo que conduce a un adicional frente reducido del subperfil de sacarosa.

20 El modo de operación multiperfil de la presente invención proporciona una incrementada capacidad de separación. Cuando se aplica un modo de dos perfiles en lugar de un modo de un perfil, se puede conseguir un incremento del 100% de la capacidad de separación. Cuando se aplica un modo de tres perfiles en lugar de un modo de dos perfiles, se puede conseguir un incremento del 50% en la capacidad de separación.

25 En el procedimiento de la presente invención, el fraccionamiento se efectúa de modo que la betaína que se mueve lentamente y los componentes residuales que se mueve rápidamente, tales como sales de sucesivos perfiles de separación se recuperan esencialmente en la misma fracción. La fracción de betaína enriquecida en betaína y que también contiene sales y otros componentes residuales se puede dividir en varias fracciones, por ejemplo, en una fracción adicional enriquecida en betaína y una fracción adicional enriquecida en componentes residuales.

30 En una realización adicional de la invención, se recupera betaína de la fracción de betaína o de dicha fracción enriquecida adicional de betaína, por ejemplo, por fraccionamiento cromatográfico adicional, seguido de cristalización.

35 Aplicando el modo multiperfil y solapando el subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación según la presente invención, se puede recuperar eficientemente betaína de zumo en bruto concentrado o zumo espeso. El rendimiento de betaína a dicha por lo menos una fracción de betaína es más de 50%, preferentemente más de 80%, más preferentemente más de 85% y aún más preferentemente más de 94%, basado en la betaína del zumo en bruto concentrado o zumo espeso.

40 El contenido de betaína de dicha por lo menos una fracción de betaína recuperada del procedimiento es más del 10% en DS, preferentemente más del 25% en DS, más preferentemente más del 30% en DS y aún más preferentemente más del 50% en DS. En una realización típica de la invención, el contenido de betaína de la(s) fracción(es) de betaína está en el intervalo de 10% a 60%, preferentemente de 25% a 60% en DS. El contenido de sustancia seca de dicha por lo menos una fracción de betaína es más de 1% en peso, preferentemente más de 2% en peso y más preferentemente más de 3% en peso, típicamente de 2 a 3,5% en peso.

45 El contenido de betaína y el contenido de sustancia seca de opcionales fracciones de betaína adicionales recuperado son los mismos que anteriormente.

50 El procedimiento de la invención también proporciona una o más fracciones de calidad mejorada, que tiene una pureza de sacarosa de más de 92%, preferentemente más de 95% y más preferentemente más de 98% en DS. El contenido de betaína de las fracciones de sacarosa es menor de 0,5%, preferentemente menos de 0,2% y más preferentemente menos de 0,1%, y su contenido de sal es menor de 50% de las sales en el material de partida. Además, el procedimiento de la invención eficientemente retira cenizas de conductividad, color e impurezas de monosacárido de sacarosa.

55 El procedimiento de la invención proporciona un rendimiento de sacarosa de más de 98%, preferentemente más de 99% (basado en sacarosa en el zumo espeso o zumo en bruto concentrado usado como material de partida). La retirada de los componentes residuales a la fracción de betaína y a la(s) fracción(es) residual(es) opcional(es) es más del 60% calculado del contenido de los componentes residuales en el material de partida (zumo

espeso o zumo en bruto concentrado).

El procedimiento de la invención proporciona una alta capacidad de separación, por ejemplo, una capacidad de separación de alrededor de 100 kg de sustancia seca por hora por m<sup>3</sup> de resina y una secuencia de tiempo de alrededor de 47 minutos para una realización de dos perfiles de la invención, y una capacidad de separación de más de 150 kg de sustancia seca por hora por m<sup>3</sup> de resina y un tiempo de secuencia de alrededor de 30 minutos para una realización de tres perfiles de la invención.

En una realización específica de la invención descrita en el Ejemplo 1, el procedimiento proporciona una capacidad de separación de hasta 154 kg de sustancia seca por hora por m<sup>3</sup> de resina. Además, el procedimiento proporciona una favorable relación de agua eluyente a sustancia seca de alimentación, por ejemplo, de alrededor de 4,9 m<sup>3</sup> 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 3,0 cuando la alimentación tiene un contenido de sustancia seca de alrededor de 50%.

En consecuencia, según el procedimiento multiperfil de la presente invención, la betaína se puede enriquecer y recuperar de un material en bruto que tiene un muy bajo contenido de betaína (tal como alrededor de 1%) considerablemente más eficiente (por ejemplo, con un rendimiento de aproximadamente de 80 a 90%) que los métodos de la técnica anterior, que no recuperan betaína de ningún modo. Además, el procedimiento proporciona una fracción de sacarosa con un muy bajo contenido de betaína, un bajo contenido de sal y un alto rendimiento de sacarosa. El procedimiento proporciona una significativamente mejorada capacidad de producción comparado con los métodos de la técnica anterior. El incremento de la capacidad del procedimiento puede estar en el intervalo de 50% a 650%.

Se pueden conseguir ventajas adicionales, tales como una reducción significativa de la cantidad de agua eluyente (de 10 a 50%) de la separación aplicando los métodos de los documentos WO 2010/097513 A1 y WO 2010/097511 A1, que se incorporan aquí como referencia. Los métodos descritos en estas aplicaciones generalmente describen la introducción de varias partes del perfil de separación de nuevo a la separación como reemplazo de eluyente. La reducción de la cantidad de agua eluyente conduce a menor requerimiento de energía en la evaporación de las fracciones separadas.

En consecuencia, en una realización adicional de la invención, una o más partes de dichos por lo menos dos perfiles de separación se pueden introducir de nuevo a una o más de las posiciones de introducción de eluyente del sistema para substituir una porción del eluyente, en la que dichas partes comprenden componentes seleccionados de sacarosa y betaína y componentes residuales.

Un ejemplo de una parte apropiada del perfil de separación para reemplazo del eluyente comprende la parte de solapamiento del subperfil de betaína y del subperfil residual. Además, las partes de dichas fracciones residuales o partes de dichas una o más fracciones adicionales (por ejemplo, fracciones de sal diluida) se puede hacer circular de nuevo a la separación como un sustituto del eluyente.

La generación de tres perfiles de separación en el mismo bucle para zumo espeso se ilustra en el Ejemplo 1, que describe una separación SMB de tres perfiles de zumo espeso en una fracción de sacarosa y una fracción de betaína enriquecida en betaína y sales. El ejemplo 2 ilustra una correspondiente separación de dos perfiles.

Se pueden ver varias ventajas cuando se compara el método multiperfil del Ejemplo 1 con el método de la técnica anterior conocida del documento US 5 466 294. Primero, según el método multiperfil de la invención, la betaína se puede enriquecer en la fracción de betaína hasta un contenido de aproximadamente 15% en DS (el contenido de betaína en el material en bruto era tan bajo como de alrededor de 1%). Según la presente invención, aproximadamente se puede recuperar el 90% de betaína de zumo espeso en la fracción de betaína. Los métodos de la técnica anterior no recuperan una fracción de betaína de ningún modo de disoluciones de sacarosa ablandadas derivadas de remolacha azucarera. La betaína se puede recuperar fácilmente de la fracción de betaína, por ejemplo, por separación cromatográfica, seguido de cristalización. Como una segunda ventaja, el método de la presente invención proporciona una fracción de sacarosa con una pureza de sacarosa mejorada (98,5% en DS vs. 97,4% en DS), con un muy bajo contenido de betaína de 0,1% (comparado con 0,9% en el método de la técnica anterior), con muy bajo contenido de sal y con un muy alto rendimiento de sacarosa de hasta 99,5%. Como una tercera ventaja, la capacidad de producción (calculada como kg de sustancia seca/hora/m<sup>3</sup> de resina) es aproximadamente 6,5 veces comparada con la capacidad del método de la técnica anterior (154 kg de sustancia seca/h/m<sup>3</sup> de la resina vs. aproximadamente 23 kg de sustancia seca/h/m<sup>3</sup> de resina).

Las ventajas correspondientes se puede ver también cuando se compara el método multiperfil del Ejemplo 1 con el método de la técnica anterior conocido del documento US 6 224 683 B1. Por ejemplo, el procedimiento de la invención proporciona una fracción de sacarosa con una mejorada pureza de sacarosa debido a la mejora múltiple en la retirada de otros compuestos orgánicos (otros sacáridos, betaína, aminoácidos, etc.) de la fracción de sacarosa. El procedimiento de la invención también proporciona capacidad de producción considerablemente mejorada (154 kg sustancia seca/h/m<sup>3</sup> de la resina vs. aproximadamente 64,2 kg de sustancia seca/h/m<sup>3</sup> de resina).

**Ejemplo 1**

## Separación SMB secuencial multiperfil de zumo espeso

5 El equipo del procedimiento incluye 10 columnas, las conducciones requeridas, una bomba de alimentación, bombas de reciclado, una bomba de agua eluyente, intercambiadores de calor, recipientes de alimentación y eluyente y producto, medios de control de flujo para los líquidos que salen así como válvulas de entrada y de producto para las diferentes corrientes del procedimiento. La altura de las columnas es 1,85 m y el diámetro de todas las columnas es 3,6 m. Las columnas están empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte (Amberlite 1320K) en forma de  $\text{Na}^+$ . El tamaño medio de partícula de la resina es de 0,32 mm.

10 Antes de la separación, se diluye con agua zumo espeso y se carbonata con carbonato de sodio para reducir el nivel de calcio de la disolución. Finalmente, se filtra zumo espeso con filtro de precapa usando tierra de diatomeas como ayuda de filtro.

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

TABLA E1-1

Composición de la alimentación	
pH de la alimentación	8,9
Substancia seca de alimentación, g/100 g	50,0
Sacarosa, % en DS	93,0
Betaína, % en DS	1,0
Otros, % en DS	6,0

15 El fraccionamiento se realiza por medio de una secuencia de SMB de 10 etapas tal como se expone a continuación. Se aplica un modo con tres perfiles de separación en un bucle, y se recogen dos fracciones de sacarosa muy pura y varias fracciones de betaína enriquecidas en betaína y componentes residuales. La alimentación y el eluyente se usan a una temperatura de 80°C, y se usa un condensado de evaporación como eluyente.

20 Etapa 1: se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 10.

25 Etapa 2: se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 67 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la misma columna. Simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup>/h de eluyente a la columna 2 con un caudal de 67 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 5. También simultáneamente, se bombean 6,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 6 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 8. También simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 10 con un caudal de 67 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 9.

30 Etapa 3: se bombean 6,0 m<sup>3</sup> de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 8. Simultáneamente, se hacen circular en bucle 6,0 m<sup>3</sup> con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h en las columnas 9 y 10.

35 Etapa 4: se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 2. Simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 3 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 6. También simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 7 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 8. También simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 9 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 10.

Etapa 5: se bombean 2,0 m<sup>3</sup> de disolución de alimentación a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 8. Simultáneamente, se hacen circular en bucle 2,0 m<sup>3</sup> con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h en las columnas 9 y 10.

40 Etapa 6: se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 10.

Etapa 7: se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 3. Simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 4 con un caudal de 100

m<sup>3</sup>/h, y se coge una fracción de betaína de la columna 7. También simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 8 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 9. También simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 10 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la misma columna.

5 Etapa 8: Se bombean 6,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de sacarosa de la columna 10.

Etapa 9: se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 1 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 4. Simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 5 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 8. También simultáneamente, se bombean 4,0 m<sup>3</sup> de eluyente a la columna 9 con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h, y se recoge una fracción de betaína de la columna 10.

Etapa 10: se hacen circular en bucle 2,0 m<sup>3</sup> con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h en las columnas 1, 2, 3, y 4. Simultáneamente, se hacen circular en bucle 2,0 m<sup>3</sup> con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h en las columnas 5, 6, 7 y 8. También simultáneamente, se hacen circular en bucle 2,0 m<sup>3</sup> con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/h en las columnas 9 y 10.

15 El sistema y la forma iónica de la resina se equilibraron con 10-18 secuencias, y se recogen las anteriormente mencionadas fracciones de betaína y fracciones de sacarosa. Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas se exponen en la tabla a continuación.

Tabla E1-2

	betaína combinada	Sacarosa combinada
Volumen, m <sup>3</sup>	48,0	32,0
Substancia seca, % en peso	1,6	31,8
Substancia seca, g/100 ml	1,6	36,1
Sacarosa, % en DS	7,7	98,5
Betaína, % en DS	14,9	0,1
Otros, % en DS	77,4	1,4

20 El rendimiento total calculado a partir de estas fracciones es 99,5% para sacarosa. El rendimiento de betaína a las fracciones de betaína es 90%. La capacidad de separación para el fraccionamiento es de 154 kg de substancia seca por hora por m<sup>3</sup> de la resina y la relación del agua eluyente a la substancia seca de alimentación es de 4,9 m<sup>3</sup> de agua por tonelada de substancia seca. Esto corresponde a una relación W/F de 3,0 (vol/vol).

25 En el fraccionamiento, se obtiene una fracción de sacarosa con una calidad claramente mejorada, y también es posible recuperar betaína con buen rendimiento y pureza económica a las fracciones de betaína para purificación adicional.

Quando los resultados se comparan con el método de la técnica anterior del documento US 5 466 294, se puede ver que se puede conseguir una pureza de sacarosa claramente mejorada con aproximadamente 5.6 veces la capacidad de separación.

30 En el ejemplo, se recogen solo dos tipos de fracciones de producto, es decir, fracciones de sacarosa y fracciones de betaína. Sin embargo, también es posible dividir las fracciones de betaína separadamente en varias porciones y recuperar una fracción enriquecida en betaína y una fracción enriquecida en componentes residuales separadamente.

Ejemplo 2. Separación SMB secuencial de dos perfiles de zumo espeso con una parte

35 El equipo del procedimiento incluye ocho 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 diversas corrientes del procedimiento. La altura de todas las columnas era de 2,0 m y el diámetro era de 0,111 m. Las columnas estaban empaquetadas con una resina de intercambio catiónico del tipo de gel de ácido fuerte Amberlite CR 1320 en forma de Na<sup>+</sup>. El tamaño medio de partícula de la resina era de 0,32 mm.

40 Antes de la separación, el zumo espeso se diluyó con agua y se carbonató con carbonato de sodio para reducir el nivel de calcio de la disolución. Finalmente, el zumo espeso se filtró 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 del zumo espeso	
Sacarosa, % en DS	90,7
Betaína, % en DS	0,9
Trisacáridos, % en DS	1,2
Disacáridos, % en DS	0,0
Glucosa, % en DS	0,1
Fructosa, % en DS	0,1
Inositol, % en DS	0,1
Glicerol, % en DS	0,1
Otros (principalmente sales), % en DS	6,8
Concentración de la alimentación, g/100 ml	64,7

- 5 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 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.
- Etapa 1: se bombearon 4,1 l de alimentación a la columna 1 con un caudal de 50 l/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 8 (la última columna).
- 10 Etapa 2: se bombearon 7,5 l de alimentación a la columna 6 con un caudal de 86 l/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la última columna.
- Etapa 3: se bombearon 3,5 l de alimentación a la columna 1 con un caudal de 60 l/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la última columna.
- 15 Etapa 4: se bombearon 6,2 l de alimentación a la columna 1 con un caudal de 78 l/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 4. Simultáneamente, se hicieron circular 6,2 l en el bucle de columnas, formado con las columnas 5, 6, 7 y 8 con un caudal de 78 l/h.
- Etapa 5: se bombearon 3,2 l de alimentación a la columna 1 con un caudal de 40 l/h y se recogió una fracción residual de la columna 2. Simultáneamente, se bombearon 7,0 l de agua a la columna 3 con un caudal de 85 l/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la columna 4. También simultáneamente, se bombearon 1,3 l de agua a la columna 7 con un caudal de 16 l/h, y se recogió una fracción residual de la columna 6.
- 20 Etapa 6: se bombearon 1,7 l de alimentación a la columna 1 con un caudal de 45 l/h y se recogió una fracción de sacarosa de la última columna.
- Etapa 7: se bombearon 4,5 l de la PARTE (recogida de la columna 8) a la columna 1 desde un recipiente externo con un caudal de 42 l/h, y se recogió una fracción de sacarosa de la última columna.
- 25 Etapa 8: se bombearon 3,5 l de agua a la columna 1 con un caudal de 66 l/h, y se recogió una fracción residual de la columna 3. Simultáneamente, se bombearon 4,5 l de agua a la columna 4 con un caudal de 85 l/h, y se recogió una fracción de la PARTE de la columna 8 a un recipiente externo.
- Etapa 9: se bombearon 6,2 l de agua a la columna 1 con un caudal de 65 l/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 8.
- 30 Etapa 10: se bombearon 3,5 l de agua a la columna 1 con un caudal de 80 l/h, y se recogió betaína de la columna 4. Simultáneamente, se bombearon 3,5 l de agua a la columna 5 con un caudal de 80 l/h, y se recogió una fracción de betaína de la columna 8.
- Etapa 11: se hicieron circular 2,1 l en el bucle de columnas, formado con todas las columnas, con un caudal de 24 l/h.

## ES 2 516 192 T3

El sistema y la forma iónica de la resina se equilibraron con 10-18 secuencias y se retiraron las siguientes fracciones del sistema: una fracción residual de las columnas 2, 3 y 6, fracciones de producto de sacarosa de las columnas 4 y 8 y fracciones de producto de betaína de las columnas 4 y 8. Los resultados que incluyen los análisis de HPLC para las fracciones combinadas se exponen en la Tabla E2-2. La tabla E2-3 muestra los resultados de la separación calculados de los volúmenes de etapa, dimensiones de la columna y resultados de HPLC.

5

Tabla E2-2

	Fracción residual combinada	Sacarosa Columna 4	Sacarosa columna 8	Sacarosa combinada	Betaína combinada
Volumen, l	8,0	13,2	21,3	34,5	13,2
Concentración, g/100 ml	3,4	49,4	23,5	33,4	2,8
Sacarosa, % en DS	38,1	95,5	96,3	95,8	8,4
Betaína, % en DS	0,3	0,1	0,2	0,2	24,9
Otros, % en DS	61,6	4,4	3,5	4,0	66,7

Tabla E2-3

Parámetros de separación	
Rendimiento de sacarosa, %	98,8
Rendimiento de betaína, %	83,4
Carga de alimentación, kg DS/m <sup>3</sup>	79,0
Relación agua/alimentación (vol/vol)	2,0
Tiempo de la secuencia, min	48,7
Capacidad de producto, kg DS/m <sup>3</sup> h	97,3

- 10 El cálculo de dónde terminó la sustancia seca de la PARTE reintroducida se efectuó suponiendo que la sustancia seca tenía un volumen inicial del 32% del volumen del lecho dado que en este caso la PARTE está compuesta principalmente de sales. También se tuvo en cuenta empíricamente el ensanchamiento de banda. El movimiento de la PARTE introducida se calculó restando el volumen de una etapa del volumen inicial de la columna comenzando por la etapa en la que se reemplazó el eluyente por la disolución de reemplazo del eluyente (PARTE). Este método
- 15 era muy preciso para el movimiento del frente del perfil de la PARTE.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de separar y recuperar betaína y sacarosa de zumo en bruto concentrado o zumo espeso que contiene más de 85% de sacarosa en DS y que contiene también betaína y componentes residuales 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  
5 crear por lo menos dos perfiles de separación sucesivos en el sistema repitiendo una secuencia de separación predeterminada, que contiene etapas que comprenden una o más de una fase de alimentación, una fase de elución y una fase de circulación, por lo que dichos por lo menos dos perfiles de separación 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, por lo que el subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación están solapados.
- 10 mover dichos por lo menos dos perfiles de separación hacia adelante a través del sistema repitiendo la secuencia de separación predeterminada, y
- 15 recuperar por lo menos una fracción de sacarosa, por lo menos una fracción de betaína que contiene también componentes residuales y opcionalmente una o más fracciones adicionales.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la cantidad de eluyente en la fase de elución se ajusta en base a los volúmenes de retención de betaína y componentes residuales para obtener solapamiento entre el subperfil de betaína y el subperfil residual de sucesivos perfiles de separación.
3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la cantidad de eluyente en la fase de elución se  
20 ajusta en base a los volúmenes de retención de sacarosa y componentes residuales para no obtener solapamiento de sacarosa y componentes residuales de sucesivos perfiles de separación.
4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que se crean en el sistema dos o tres perfiles de separación.
5. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que se recupera por lo menos una fracción de sacarosa de una columna y se recupera por lo menos una fracción de sacarosa adicional de una o más de otras columnas del sistema.  
25
6. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que se recupera por lo menos una fracción de betaína de una columna y se recupera por lo menos una fracción de betaína adicional de una o más de otras columnas del sistema.
7. Un procedimiento según la reivindicación 5 ó 6, en el que dicha una o más de otras columnas se selecciona de cualquier columna aguas arriba del sistema con respecto a la columna de la que se recupera dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína.  
30
8. Un procedimiento según la reivindicación 5 ó 6, en el que dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína y dicha por lo menos una fracción de sacarosa/betaína adicional se recuperan del mismo perfil de separación durante más de una secuencia de separación o  
35 de más de un perfil de separación durante la misma secuencia de separación.
9. Un procedimiento según la reivindicación 5 ó 6, en el que dicha por lo menos una fracción de sacarosa y/o dicha por lo menos una fracción de betaína se recuperan de la última columna.
10. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dichos por lo menos dos perfiles de separación están  
40 presentes en un bucle formado por todas las columnas del sistema.
11. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha pluralidad de columnas forman tres bucles separados y un perfil de separación se mueve simultáneamente hacia adelante en cada bucle.
12. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha pluralidad de columnas forman dos bucles separados y un perfil de separación se mueve simultáneamente hacia adelante en cada bucle.
13. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que más de 50%, preferentemente más de 80%, más  
45 preferentemente más de 85% y aún más preferentemente más de 94% de la betaína del zumo en bruto concentrado o zumo espeso se recupera en dicha por lo menos una fracción de betaína,
- 50 en el que el contenido de betaína de dicha por lo menos una fracción de betaína es más de 10%, preferentemente más de 25%, más preferentemente más de 30% y lo más preferentemente más de 50% de la sustancia seca (DS), y

en el que el contenido de substancia seca de dicha por lo menos una fracción de betaína es más de 1% en peso, preferentemente más de 2% en peso y más preferentemente más de 3% en peso.

5 14. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento proporciona un rendimiento de sacarosa de más de 98%, preferentemente más de 99% basado en la sacarosa en el zumo en bruto concentrado o zumo espeso y

en el que el contenido de sacarosa de dicha por lo menos una fracción de sacarosa es más de 92%, preferentemente más de 95% y más preferentemente más de 98% en DS.

10 15. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento comprende adicionalmente introducir una o más partes de dichos por lo menos dos 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 sacarosa y betaína y componentes residuales.