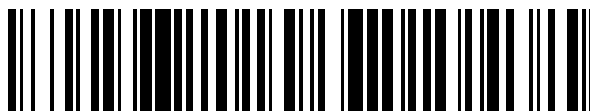


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 549 659**

51 Int. Cl.:

B01D 15/36 (2006.01)

C13K 13/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.06.2004 E 04742131 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.07.2015 EP 1639142**

54 Título: **Un procedimiento para la recuperación de galactosa a partir de una solución procedente de biomasa vegetal utilizando etapas de fraccionamiento cromatográfico y cristalización**

30 Prioridad:

27.06.2003 FI 20030963

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

30.10.2015

73 Titular/es:

**DUPONT NUTRITION BIOSCIENCES APS
(100.0%)**

**Langebrogade 1 Postboks 17
1001 Copenhagen K., DK**

72 Inventor/es:

**HEIKKILÄ, HEIKKI;
HÄKKÄ, KATJA;
JUMPPANEN, JUHO;
SAARI, PIA;
NURMI, NINA y
RAVANKO, VILI**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 549 659 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

Un procedimiento para la recuperación de galactosa a partir de una solución procedente de biomasa vegetal utilizando etapas de fraccionamiento cromatográfico y cristalización

Campo de la invención

- 5 La invención se refiere a un procedimiento de recuperación de galactosa a partir de una solución que contiene la misma, especialmente a partir de soluciones procedentes de biomasa vegetal que contienen galactosa como una mezcla con otros azúcares e hidratos de carbono. El procedimiento de la invención proporciona galactosa cristalina de origen no animal, especialmente D-galactosa cristalina vegetal.

Antecedentes de la invención

- 10 La galactosa es un monosacárido, que se encuentra principalmente en el azúcar de la leche o lactosa, donde la galactosa está unida a la glucosa. En algunos productos lácteos agrios, la lactosa se ha descompuesto en glucosa y galactosa.

- 15 La galactosa tiene muchas aplicaciones en el campo farmacéutico y en la tecnología de los alimentos. En el campo farmacéutico, la galactosa es útil por ejemplo como intermedio farmacéutico para varios medicamentos. Además, la galactosa también es útil como estabilizador en soluciones intravenosas para uso médico. En la tecnología de los alimentos, la galactosa ha encontrado utilidad por ejemplo, como posible fuente de energía en bebidas para deportistas. La galactosa es también útil en medios de cultivo celular como nutriente o como inductor en la fermentación.

- 20 La galactosa como norma se obtiene por hidrólisis de la lactosa (un disacárido que consiste en glucosa y galactosa), que se encuentra en los productos lácteos, tales como la leche. Recientemente, por ejemplo debido a la enfermedad de la EEB, existe un mayor interés en producir galactosa de origen no lácteo ni animal.

- 25 La patente británica nº 925 380, Joseph Donelly (publicada el 8 de mayo de 1963) describe un procedimiento basado en la cristalización para la purificación de (D)(+)-galactosa anhidra en bruto, que ha sido producida por degradación de un oligosacárido, tales como lactosa, melibiosa y rafinosa. El proceso de purificación comprende la disolución de la galactosa en bruto en alcohol metílico o alcohol etílico o una mezcla de ambos con agua, la eliminación de las impurezas no disueltas y la recuperación de la galactosa de la solución por cristalización, opcionalmente seguida de recristalización. No se ha publicado la pureza del producto galactosa.

- 30 El documento WO 99/53088, Deva Processing Services Ltd. (publicado el 21 de octubre de 1999) describe un procedimiento para la producción de galactosa a partir de disacárido o polisacárido que contiene galactosa, tal como lactosa, por hidrólisis y tratamiento enzimático. La galactosa obtenida por este procedimiento no está cristalizada. En la referencia se dice que es extremadamente difícil separar contaminantes de galactosa de manera que se obtendría galactosa con una pureza de grado farmacéutico.

- 35 La galactosa es bastante rara en materiales vegetales, pero se ha encontrado en no muy abundantes cantidades en varias plantas como una mezcla de varios componentes con otros azúcares e hidratos de carbono. La galactosa se ha encontrado por ejemplo en los recursos de madera, donde la galactosa está presente como una mezcla con otros hidratos de carbono y componentes de la lignina. Las hemicelulosas de madera blanda son especialmente ricas en galactosa. La galactosa también se ha encontrado en diversas gomas naturales y materiales a base de pectina.

- 40 Los recursos de madera, por ejemplo, pueden así ser posibles fuentes para la recuperación de galactosa vegetal. Las lejías residuales obtenidas de los procesos ácidos de fabricación de pasta de madera, especialmente las lejías de los procesos de fabricación de pasta de madera blanda pueden mencionarse como ejemplos de posibles materiales de partida para la recuperación de galactosa.

- 45 En el estado de la técnica se sabe recuperar galactosa a partir de diversas materias primas de origen vegetal utilizando métodos seleccionados por ejemplo, de extracción, hidrólisis y tratamiento con adsorbentes e intercambiadores catiónicos y aniónicos, seguido de cristalización. Los métodos cromatográficos para la recuperación de soluciones que contienen galactosa a partir de materiales de origen vegetal también se conocen en el estado de la técnica. Sin embargo, estos métodos cromatográficos para la recuperación de soluciones que contienen galactosa generalmente proporcionan galactosa como una mezcla con otros azúcares estrechamente relacionados. No se ha recuperado galactosa de dichas mezclas de azúcar.

- 50 El documento EP 1 046 719 A1, Cargill B.V. (publicado el 25 de octubre de 2000) expone que los azúcares raros, por ejemplo arabinosa, ramnosa, fucosa y manosa no son deseados en las preparaciones de galactosa, porque la presencia de estos componentes limitará por ejemplo, el alcance de las aplicaciones de alimentos en las que se pueden usar los preparados de galactosa. La publicación EP describe un procedimiento basado en la hidrólisis para la fabricación de D-galactosa a partir de una composición de legumbres que contiene oligosacáridos que contiene D-galactosa principalmente en combinación química con D-glucosa y/o D-fructosa. El material que contiene oligosacárido normalmente procede de semillas de soja, colza o girasol o de una de sus mezclas. En los ejemplos,
- 55

se recuperó un preparado que contiene D-galactosa en una cantidad de 3 a 10% referida al peso en seco. Según el ejemplo 4 de la referencia, el contenido de D-galactosa del preparado puede aumentarse por cromatografía. El preparado de galactosa obtenido por el proceso no está cristalizado.

5 Las patentes de EE.UU. n° 6.451.123 B1 y WO 00/42225 A1, Saska, M., Board of Supervisors of Louisiana State University of Agricultural and Mechanical College (publicado el 17 de septiembre de 2002) describe un método para separar un hidrato de carbono seleccionado de xilosa, manosa, galactosa, arabinosa, glucosa, xilitol, arabitol, galactitol y manitol a partir de una fase acuosa que comprende dicho hidrato de carbono y al menos otro componente no idéntico (un azúcar o un alcohol de azúcar). La fase acuosa de la que se separan los hidratos de carbono puede ser, por ejemplo, una lejía de madera blanda, una lejía de madera dura o uno de sus hidrolizados. Se
10 expone de que la separación se lleva a cabo utilizando una resina de intercambio aniónico de base fuerte en forma aniónica, que es distinta de la forma hidroxilo. La resina utilizada para la separación se acondiciona con una concentración suficiente de iones hidroxilo. En una aplicación típica del método, se utiliza una resina en forma de cloruro. En este proceso, no se recupera galactosa.

15 La patente de EE.UU. n° 6.451.123 B1 mencionada anteriormente se refiere a la separación de manosa/galactosa con un catión ácido fuerte seleccionado de Ca^{2+} y Pb^{2+} (página 2, Tabla II, líneas 65 y 66) descrita por Caruel H. *et al.*

20 Caruel H. *et al.* han estudiado la separación de carbohidratos en "Carbohydrate separation by ligand-exchange liquid chromatography: correlation between the formation of sugar-cation complexes and the elution order", *J. Chromatography* 558 (1), págs. 89-104 (1991). Se expone que la separación de hidratos de carbono (hexosas, pentosas y polioles correspondientes) se estudió por cromatografía líquida usando intercambio de ligandos en una columna de resina de intercambio catiónico de ácido fuerte con agua como eluyente. Se probaron siete cationes (Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} , Y^{3+} , La^{3+} y Pr^{3+}).

25 La patente de EE.UU. n° 3.471.329, Laevosan-Gesellschaft Chem. Pharm Industrie Dr. Frank y Freudl (publicada el 7 de octubre 1969) describe un procedimiento para la separación de diferentes azúcares a partir de una mezcla de los mismos, que comprende hacer reaccionar una resina de intercambio catiónico con hidrazina, y a continuación poner en contacto con una solución hidroalcohólica de dicha mezcla de azúcares con la resina de intercambio catiónico que contiene hidrazina, seguido por lavado de la resina que contiene azúcar para fraccionar los azúcares y obtener cada uno de los azúcares presentes en dicha mezcla de azúcar en las diferentes fracciones. La resina de intercambio catiónico puede contener grupos activos muy ácidos, tales como grupos sulfato, carboxilo o fosfito. La
30 separación de fructosa y galactosa se describe en el ejemplo 3 de dicha referencia. También se expone en el ejemplo 3 que las fracciones de galactosa dieron galactosa pura cristalizada después de la cristalización. Sin embargo, la solución de alimentación no es un hidrolizado de hemicelulosa.

35 La patente de Estados Unidos n° 5.084.104, Cultor Ltd., Heikkilä *et al.* (publicada el 28 de enero de 1992) describe un procedimiento para la producción de una fracción de xilosa de alta pureza a partir de una solución rica en xilosa que contiene además otros monosacáridos, utilizando fraccionamiento cromatográfico con una resina de intercambio aniónico de base fuerte en forma de sulfato. La galactosa no se recupera en este procedimiento.

40 La patente de Estados Unidos n° 4.772.334, Kureha Kagaku Kogyo Kabushiki Kaisha (publicado el 20 de septiembre de 1988) describe un procedimiento para la producción de ramnosa muy pura a partir de goma arábica hidrolizando la goma arábica con un ácido mineral para formar un hidrolizado líquido que comprende L-ramnosa, L-arabinosa y D-galactosa y sometiendo el hidrolizado neutralizado y aclarado a cromatografía de intercambio catiónico fuertemente iónico para separar D-galactosa y L-arabinosa de L-ramnosa utilizando una mezcla de agua y disolvente orgánico como eluyente. En los ejemplos, se utiliza una resina en forma Na^+ . La galactosa no se recupera.

45 La patente de Estados Unidos n° 4.857.642, UOP (publicada el 15 de agosto de 1989) describe un procedimiento para separar arabinosa de una mezcla acuosa de alimentación que contiene arabinosa y al menos otro monosacárido del grupo que consiste en aldosas y cetosas poniendo en contacto la mezcla de alimentación con un adsorbente X-zeolita que contiene cationes de amonio. Dicho otro monosacárido se selecciona generalmente de glucosa, xilosa, galactosa y manosa. Se expone que la arabinosa es absorbida selectivamente por el adsorbente X-zeolita. La galactosa no se recupera.

50 Bollini, M. & Galli, R. ("Separation and determination of the sugars of bisulfite liquors", *Stn. Sper. Cellul., Carta Fibre Tess. Veg. Artif., Milán, Italia. Ind. Carta* (1975), 13(10), 392-4) han identificado y determinado manosa, glucosa, galactosa, arabinosa, xilosa, hexosas y pentosas en una lejía de bisulfito después de la separación de lignosulfonatos. Se trató la lejía con EtOH, se centrifugó el precipitado, se separaron los lignosulfonatos, se purificó con resinas de intercambio catiónico y aniónico y se sometió a determinaciones cromatográficas de gases y colorimétricas.

55 Sinner, M., Simatupang, M.H. y Dietrichs, H.H. ("Automated Quantitative Analysis of Wood Carbohydrates by Borate Complex Ion Exchange Chromatography", *Wood Science and Technology*, 1975, págs. 307-322) describen un método analítico automatizado simple para la separación y determinación cuantitativa de azúcares a partir de hidrolizados ácidos y enzimáticos de polisacáridos de la madera por cromatografía de intercambio iónico con

complejo de borato. Los azúcares separados de esta manera pueden incluir manosa, fructosa, arabinosa, galactosa, xilosa, glucosa y disacáridos como xilobiosa, celobiosa y sacarosa.

- 5 Guihard, L., Dendene, K. y Bariou, B. ("Sugar separation by low pressure chromatography", Lab. GPSA, ENSCR, Rennes Beaulieu, Fr. P. *Recents Progrés en Genie des Procédés* (1991), 5(15, Procédés Sep.), 167-72, describen la separación de la lactosa de otros azúcares de la leche utilizando intercambiador catiónico AG 50W-X8. Un jarabe que contiene galactosa, lactosa y lactulosa se eluyó en primer lugar en la resina en forma Na^+ , eliminando la fracción de galactosa. El producto contiene lactosa y lactulosa se eluyó a continuación en la resina en forma Ca^{2+} dando lactulosa en forma prácticamente pura. La galactosa no se recupera en este proceso.
- 10 La patente india IN 158940 A, Council of Scientific and Industrial Research (India), (publicada el 21 de febrero de 1987) describe un procedimiento para la preparación de D-galactosa pura a partir de la goma del fruto verde del *Aegle marmelos*. En este procedimiento, dicho material del fruto se somete a hidrólisis en dos etapas con H_2SO_4 , seguida de tratamiento de desionización con Amberlite IR 120 (H^+) e IR-4B (OH^-). El producto así obtenido se purifica con carbón activado, y la solución se calienta a una temperatura menor de 40°C a presión reducida para dar un jarabe. El jarabe se trató con 100 ml de MeOH caliente y 8-10 ml de agua, para cristalizar D-galactosa.
- 15 Ingle, T.R., Kulkarni, V.R., Vaidya, S.H. y Pai, M.U., *Natl. Chem. Lab., Poona, India, Res. Ind.* (1976), 21 (4), 243-6, describen un procedimiento comercial para la preparación de D-galactosa a partir de cáscaras de anacardo. En este proceso, el material de cáscara de anacardo se somete a una extracción acuosa, hidrólisis con H_2SO_4 , concentración hasta obtener un jarabe, extracción, decoloración con carbón activado, concentración y cristalización, seguido de secado y pulverización de la D-galactosa cristalina.
- 20 Serdyuk, L.V., Dudkin, M.S., Gerzhov, A.F., *Odess. Tekhnol. Inst. Pishch. Prom. im. Lomonosova, Odessa, URSS, Izv. Vyssh. Ucheb. Zaved. Pishch. Tekhnol.* (1974), (2), 28-30, describen la patata como materia prima para la producción de soluciones concentradas de azúcares simples, incluida la galactosa. Se expone que la hidrólisis de material de la patata con H_2SO_4 al 3% a 98 a 100°C durante 3,5 a 4 horas produjo un concentrado que contiene glucosa, galactosa y arabinosa.
- 25 Kato, Y. *et al.* describe un adsorbente cromatográfico por afinidad para la separación de carbohidratos en la patente japonesa JP n° 06201671, Cosmo Sogo Kenkyusho Kk, Cosmo Oil Co. Ltd., (publicada el 22 de julio de 1994). Se expone que el adsorbente cromatográfico por afinidad es un copolímero reticulado poroso que contiene grupos hidroxilo alcohólicos y lectina. También se expone que el adsorbente se usa en HPLC para la separación de hidratos de carbono, especialmente manosa y galactosa.
- 30 Yamane, T. *et al.* describe la descomposición de rafinosa por una reacción enzimática aplicada en un proceso industrial en las fábricas japonesas de azúcar de remolacha en *Sucr. Belge/Sugar Ind. Abstr.* (1971), 90(7), 345-348. Se expone que la α -galactosidasa descompone la rafinosa en sacarosa y galactosa.
- 35 Dugal, H. *et al.* describen la modificación enzimática de las gomas de algarroba y guar en IPPTA (1974), 11(1), 29-35. Se estudió el efecto del tiempo, pH, temperatura y de la concentración de enzima y sustrato sobre la hidrólisis de goma de algarroba y la goma guar por α -galactosidasa aislada de las semillas de guar germinadas y las gomas hidrolizadas se caracterizaron por difracción de rayos X y determinación del peso molecular. Se expone que la hidrólisis enzimática de las gomas liberó galactosa, arabinosa y manosa. Sin embargo, no hay xilosa presente en las sustancias utilizadas para la separación.
- 40 La solicitud de patente finlandesa 2003/0222021 no publicada, Danisco Sweeteners Oy describe un método de recuperación de manosa a partir de una solución procedente de biomasa sometiendo dicha solución a un proceso de separación cromatográfica utilizando al menos una resina de separación cromatográfica, que está al menos parcialmente en forma Ba^{2+} y al menos una resina de separación cromatográfica que está en otra forma distinta de Ba^{2+} . Esta última resina es una resina de intercambio catiónico, donde el catión es preferiblemente Ca^{2+} . La solución de partida procedente de la biomasa generalmente suele contener manosa mezclada con otros azúcares, tales como xilosa, galactosa, glucosa, ramnosa, arabinosa y fructosa. La galactosa no se recupera.
- 45 De la descripción anterior de la técnica anterior se desprende que se sabe preparar soluciones que contienen galactosa partir de materias primas hemicelulósicas. Sin embargo, ha resultado difícil producir D-galactosa cristalina pura, porque es especialmente engorroso separar la galactosa de otros azúcares, especialmente de manosa y xilosa, pero también de arabinosa y ramnosa, cuando el contenido de galactosa en la solución de partida es bajo.
- 50 Este problema se ha resuelto ahora según la presente invención proporcionando una combinación de fraccionamiento cromatográfico y cristalización para obtener galactosa cristalina pura a partir de materias primas de hemicelulosa vegetal.

Breve descripción de la invención

- 55 Es objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para recuperar galactosa de las soluciones procedentes de la biomasa vegetal compleja a fin de obtener galactosa pura. Los objetos de la invención se

consiguen mediante un procedimiento, que se caracteriza por lo que se indica en las reivindicaciones independientes. Las realizaciones preferidas de la invención se describen en las reivindicaciones dependientes.

5 La invención se basa en una combinación de fraccionamiento cromatográfico y cristalización para recuperar galactosa de soluciones procedentes de biomasa vegetal que incluyen galactosa como una mezcla con otros azúcares íntimamente relacionados. El fraccionamiento cromatográfico proporciona una fracción enriquecida en galactosa, que a continuación se somete a cristalización para obtener galactosa cristalina pura. El fraccionamiento cromatográfico comprende la separación con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica y la separación con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida. En una realización preferida de la invención, la separación con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica comprende sucesivas separaciones con esta resina en forma de bisulfito.

Definiciones relacionadas con la invención

En la memoria descriptiva y en todos los ejemplos y reivindicaciones, se han empleado las siguientes definiciones:

SBA se refiere a una resina de intercambio aniónico fuertemente básica.

SAC se refiere a una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida.

15 DVB se refiere a divinilbenceno.

ACN se refiere a acetonitrilo.

SS se refiere a un contenido de sustancia seca medido por valoración de Karl Fischer, expresado en % en peso.

SSR se refiere a un contenido refractométrico de sustancia seca, expresado en % en peso.

LMS se refiere al proceso de lecho móvil simulado.

20 "Fracción de galactosa" se refiere a una fracción enriquecida en galactosa, obtenida a partir de fraccionamiento cromatográfico.

"Perfil de impurezas" se refiere a las impurezas y su contenido en el producto final galactosa cristalina.

"Galactosa de origen no animal" se refiere a galactosa no láctea y, especialmente galactosa, que no se basa en un hidrolizado de lactosa.

25 Breve descripción de los dibujos

Los siguientes dibujos son realizaciones ilustrativas de la invención y no pretenden limitar el alcance de la misma en modo alguno, como se define en las reivindicaciones.

30 Las figuras 1A y 1B son representaciones gráficas del perfil de separación obtenidos en los ejemplos 1 y 2 (fraccionamiento cromatográfico de una solución a base de lejía residual de sulfito y que contiene principalmente xilosa, galactosa y manosa usando una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma SO_4^{2-}).

La figura 2 es una presentación gráfica del perfil de separación obtenido en el ejemplo 4 (fraccionamiento cromatográfico de una solución que contiene principalmente xilosa, manosa, galactosa, glucosa y arabinosa usando una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma SO_3^{2-}).

35 La figura 3 es una presentación gráfica del perfil de separación obtenido en el ejemplo 5 (fraccionamiento cromatográfico de una solución que contiene principalmente xilosa, manosa, galactosa y glucosa utilizando una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma HSO_3^-).

La figura 4 es una presentación gráfica de el perfil de separación obtenido en el ejemplo 6 (fraccionamiento cromatográfico de una solución que contiene principalmente xilosa, galactosa y manosa usando una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma Ba^{2+}).

40 La figura 5 es una presentación gráfica del perfil de separación obtenido en el ejemplo 7 (fraccionamiento cromatográfico de una solución que contiene principalmente xilosa, galactosa y manosa usando una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma Pb^{2+}).

45 La figura 6 es una presentación gráfica del perfil de separación obtenido en el ejemplo 8 (fraccionamiento cromatográfico de una solución que contiene galactosa a base de lejía residual de sulfito obtenida a partir de la separación con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma SO_4^{2-} , utilizando una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma Ba^{2+}).

Descripción detallada de la invención

La invención se refiere a un procedimiento de recuperación de galactosa a partir de una solución procedente de biomasa vegetal que contiene galactosa y arabinosa. El procedimiento de la invención comprende:

- 5 someter dicha solución a fraccionamiento cromatográfico por lo que el fraccionamiento cromatográfico comprende una o más etapas de fraccionamiento cromatográfico utilizando un material de relleno de la columna seleccionado de resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas donde la forma iónica se selecciona de SO_4^{2-} , SO_3^{2-} y HSO_3^- y una o más etapas de fraccionamiento cromatográfico utilizando un material de relleno de la columna seleccionado de resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas,
- en cualquier secuencia deseada,
- 10 recuperar al menos una fracción enriquecida en galactosa que tiene un contenido en galactosa de 38 a 95% de SSR,
- someter al menos dicha fracción enriquecida en galactosa a cristalización, y
- recuperar un producto de galactosa cristalina de origen vegetal que tiene una pureza superior al 90% en SS.
- 15 En una realización preferida de la invención, dicha resina de intercambio aniónico fuertemente básica está en forma HSO_3^- .
- En una realización especialmente preferida de la invención, dichos fraccionamiento con resinas de intercambio aniónicas fuertemente básicas comprende dos etapas con una resina en forma HSO_3^- .
- Dicha resina de intercambio catiónico fuertemente ácida puede estar en forma de metal monovalente o en forma de metal divalente. En una realización preferida de la invención, la resina está en forma de Ba^{2+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} o Sr^{2+} .
- 20 Dichas resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas y dicho resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas pueden tener un esqueleto de estireno o acrílico. En una realización preferida de la invención, la resina es una resina de poliestireno-co-divinilbenceno. También se pueden aplicar otras resinas de polímero alquenilaromático como las basadas en monómeros como estireno sustituido con alquilo o una de sus mezclas. La resina también se puede reticular con otros monómeros de reticulación aromáticos adecuados, tales como diviniltolueno, divinilxileno,
- 25 divinilnaftaleno, divinilbenceno, o con monómeros de reticulación alifáticos, tales como isopreno, diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, N,N'-metilen-bisacrilamida o una de sus mezclas. El grado de reticulación de las resinas es generalmente de aproximadamente 1 a aproximadamente 20%, preferiblemente de aproximadamente 3 a aproximadamente 8% del agente de reticulación, tal como divinilbenceno. El tamaño medio de las partículas de la resina es normalmente de 10 a 2.000 μm , preferiblemente de 100 a 400 μm .
- 30 Dicha resina de intercambio catiónico fuertemente ácida es preferiblemente una resina de poliestireno-co-divinilbenceno sulfonado.
- En una realización preferida de la invención, las resinas son resinas de tipo gel.
- Los fabricantes de las resinas son, por ejemplo Finex, Dow, Bayer y Rohm & Haas.
- 35 En la operación de fraccionamiento cromatográfico, los cationes/aniones de la resina están preferiblemente en equilibrio substancial con los cationes/aniones de la fase móvil del sistema.
- El eluyente utilizado en el fraccionamiento cromatográfico es preferiblemente agua, pero son útiles incluso soluciones de sales y agua. Además, alcoholes, tales como etanol, y mezclas de agua y alcohol, tales como una mezcla de agua y etanol son eluyentes útiles.
- 40 La temperatura de la fraccionamiento cromatográfico está comprendida generalmente en el intervalo de 20 a 90°C, preferiblemente de 40 a 65°C. El pH de la solución a fraccionar está comprendido generalmente en el intervalo de 2 a 9.
- El fraccionamiento cromatográfico se puede llevar a cabo como un proceso discontinuo o un proceso de lecho móvil simulado (proceso LMS). El proceso LMS se lleva a cabo preferiblemente como un proceso secuencial o continuo.
- 45 En el proceso de lecho móvil simulado, el fraccionamiento cromatográfico se lleva a cabo generalmente usando de 3 a 14 columnas conectadas en serie. Las columnas están conectadas con tuberías. El caudal en las columnas es normalmente de 0,5 a 10 $\text{m}^3/(\text{hm}^2)$ del área de la sección transversal de la columna. Las columnas se llenan con un material de relleno de columnas seleccionado de las resinas descritas anteriormente. Las columnas están provistas de líneas de alimentación y líneas de producto de manera que la solución de alimentación y el eluyente se pueden alimentar en las columnas y las fracciones de producto recogerse de las columnas. Las líneas de productos están
- 50 provistos de instrumentos en línea para que la calidad/cantidad de las corrientes de producción puedan seguirse durante la operación.

Durante la separación LMS cromatográfica, la solución de alimentación se hace circular por las columnas por medio de bombas. Se añade eluyente, y se recogen de las columnas la fracción galactosa, otras fracciones de producto opcionales y fracciones residuales.

5 Antes del fraccionamiento cromatográfico, la solución de alimentación puede someterse a una o más etapas de pretratamiento seleccionados de ablandamiento por tratamiento de intercambio iónico o carbonatación, dilución, concentración, p. ej. por evaporación, ajuste de pH y filtración, por ejemplo. Antes de la alimentación a las columnas, la solución de alimentación y el eluyente se calientan a la temperatura de fraccionamiento descrita anteriormente (por ejemplo en el intervalo de 50 a 85°C).

10 El fraccionamiento cromatográfico proporciona una fracción de galactosa donde la galactosa está en forma de solución. La fracción de galactosa obtenida del fraccionamiento cromatográfico tiene una pureza típica de más de 38% de galactosa en SSR. En una realización típica de la invención, el fraccionamiento cromatográfico proporciona una fracción de galactosa con una pureza de 38% a 95% de galactosa en SSR. El rendimiento de galactosa en el fraccionamiento cromatográfico es generalmente de 35 a 95%.

15 La fracción de galactosa obtenida del fraccionamiento cromatográfico incluye generalmente más azúcares seleccionados de xilosa, arabinosa, ramnosa- y manosa como impurezas. La cantidad de xilosa está comprendida generalmente en el intervalo de 1 a 20% y la cantidad de manosa está generalmente comprendida en el intervalo de 2 a 40% en SSR.

Para mejorar el rendimiento del fraccionamiento cromatográfico, pueden utilizarse también fracciones de reciclo del fraccionamiento cromatográfico.

20 El método de fraccionamiento cromatográfico de la invención puede comprender además una o más etapas de purificación seleccionadas de filtración por membrana (microfiltración, ultrafiltración o nanofiltración), intercambio iónico, evaporación, pos-hidrólisis y filtración. Estas etapas de purificación pueden llevarse a cabo antes, después o entre dichas etapas de fraccionamiento cromatográfico.

25 La fracción de galactosa obtenida del fraccionamiento cromatográfico se somete además a la cristalización para obtener un producto de galactosa cristalina. La cristalización se lleva a cabo generalmente usando un disolvente seleccionado de agua, alcohol, tal como etanol, y una mezcla de agua y alcohol, tal como etanol. En una realización preferida de la invención, la cristalización se lleva a cabo con agua.

30 La cristalización se lleva a cabo por evaporación de la solución de galactosa obtenida del fraccionamiento cromatográfico a un contenido de sustancia seca apropiado (p. ej. a un SSR de aproximadamente 70 a 80%). La solución de galactosa puede sembrarse con cristales de siembra de galactosa. Las semillas, si se utilizan, se ponen en suspensión en un disolvente de cristalización, que puede ser agua, un alcohol, tal como etanol o una mezcla de los mismos. Un disolvente típico de cristalización es el agua. Después de enfriar la masa de cristalización, un disolvente de cristalización, como el etanol puede añadirse. La masa de cristalización puede entonces dejarse reposar durante un período de tiempo, preferiblemente de 1 a 6 días, generalmente a temperatura ambiente, tras lo cual los cristales se separan por filtración. La torta de filtración se lava con el disolvente de cristalización. Se obtienen cristales de galactosa con una alta pureza.

La cristalización proporciona galactosa cristalina que tiene una pureza de más del 90%, preferiblemente más del 95% y más preferiblemente más del 98% y aún más preferiblemente más de 99,5% en SS. El producto galactosa cristalina puede purificarse más utilizando las etapas de recristalización incluso a la pureza de hasta 99,9%.

40 La cristalización puede llevarse a cabo a partir de una solución de galactosa que tiene una pureza de más de 38% de galactosa en SSR. En una realización típica de la invención, la cristalización se lleva a cabo a partir de una solución con una pureza de 38 a 95% de galactosa en SSR. La solución de galactosa utilizada para la cristalización generalmente se refiere a la fracción de galactosa obtenida del fraccionamiento cromatográfico.

45 En una realización de la invención, la galactosa se puede cristalizar con una etapa de cristalización a partir de una pureza de al menos 50% en SSR para obtener galactosa cristalina que tiene una pureza de más de 98% en SS.

La cristalización proporciona generalmente galactosa cristalina que tiene un contenido máximo de 0,50% de glucosa en SS, preferiblemente un contenido máximo de 0,30% de glucosa en SS.

50 La cristalización también proporciona galactosa cristalina que tiene un perfil de impurezas comprende al menos un azúcar seleccionado a partir de xilosa, arabinosa, ramnosa y manosa. En una realización de la invención, la cristalización proporciona galactosa cristalina, en el que el perfil de impurezas comprende al menos uno de dichos azúcares en una cantidad de 0,03% en SS o más. En otra realización de la invención, la cristalización proporciona galactosa cristalina, donde el perfil de impurezas comprende arabinosa y/o manosa en una cantidad de 0,03% en SS o más. En una realización adicional de la invención, la cristalización proporciona galactosa cristalina que tiene un perfil de impurezas que comprende al menos uno de dichos azúcares seleccionados a partir de xilosa, arabinosa, ramnosa y manosa en una cantidad de 0,10% en SS o más.

55

Dicha galactosa generalmente se refiere a D-galactosa. Además, la glucosa se refiere a D-glucosa, xilosa se refiere a D-xilosa, arabinosa se refiere a L-arabinosa, manosa se refiere a D-manosa y ramnosa se refiere a L-ramnosa.

5 El procedimiento de la invención también puede comprender una o más etapas de purificación seleccionadas de filtración en membrana, intercambio iónico, evaporación y filtración llevadas a cabo antes, después o entre dichas etapas de fraccionamiento cromatográfico.

El procedimiento de la invención también puede comprender la recuperación parcial de otros azúcares, tales como xilosa, manosa y ramnosa opcionalmente. La recuperación parcial de los otros azúcares se lleva a cabo generalmente antes de la separación de galactosa.

10 El procedimiento de la invención puede comprender además uno o más pasos de cristalización entre dichas etapas de fraccionamiento cromatográficas. Dichos uno o más pasos de cristalización pueden comprender, por ejemplo, la cristalización precipitación de xilosa. Dicha precipitación cristalización de xilosa se lleva a cabo generalmente entre dicho fraccionamiento cromatográfico con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica y dicho fraccionamiento cromatográfico con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida.

15 El material de partida para la recuperación de galactosa es generalmente una mezcla de origen vegetal que contiene hidratos de carbono, tales como monosacáridos. En una realización típica de la invención, dichos monosacáridos comprenden principalmente xilosa, galactosa, manosa, arabinosa, ramnosa y glucosa opcionalmente. La mezcla también puede contener monosacáridos y disacáridos y superiores.

20 El material de partida para la recuperación de la galactosa, según la presente invención procede de la biomasa vegetal, generalmente a partir de material de origen vegetal, tales como material seleccionado de madera blanda o madera dura, paja de cereales o cascotes, hojas de maíz, el maíz que contiene hemicelulosa- policias, fibras de maíz, bagazo y de remolacha azucarera. Material de madera blanda es especialmente rica en galactosa. Biomasa que contiene hemicelulosa procedente de madera blanda, tales como abeto o pino, por lo tanto se prefiere especialmente para su uso como material de partida en la presente invención.

25 Como otros materiales de partida adecuados se pueden mencionar las gomas de exudado tales como la goma árabe, goma tragacanto y goma ghatti, por ejemplo.

30 El material de partida para la recuperación de galactosa es generalmente un hidrolizado de la biomasa que contiene hemicelulosa descrito anteriormente. El hidrolizado se ha obtenido generalmente de la hidrólisis ácida suave o hidrólisis enzimática de la biomasa. Las hexosas, tales como la glucosa opcionalmente pueden eliminarse por fermentación. En una realización preferida de la invención, el material de partida es un hidrolizado de hemicelulosa de origen vegetal. En otra realización preferida de la invención, el material de partida es un hidrolizado de hemicelulosa de origen vegetal que contiene galactosa y arabinosa y otros azúcares seleccionados de xilosa. En otra realización preferida de la invención, el material de partida es un hidrolizado de hemicelulosa de origen vegetal que contiene galactosa y arabinosa y otros azúcares seleccionados de xilosa y manosa. También los concentrados y extractos de hemicelulosa, tales como los extractos alcalinos son materiales de partida útiles en el procedimiento de la invención.

35 El hidrolizado de biomasa para la recuperación de galactosa, según la presente invención es generalmente una lejía residual obtenida a partir de un proceso de fabricación de pasta de papel. La lejía residual es especialmente una lejía residual de la fabricación de la pasta al sulfito, que puede obtenerse por fabricación de la pasta al sulfito ácida, básica o neutra, preferiblemente fabricación de la pasta al sulfito ácida.

40 Una lejía residual típica útil en la presente invención es una lejía residual, que se obtiene preferiblemente a partir de la fabricación de la pasta al sulfito ácida. La lejía residual puede obtenerse directamente de la fabricación de la pasta al sulfito. Puede obtenerse también de una lejía concentrada de la fabricación de la pasta al sulfito o de una extracción lateral de la cocción al sulfito. También puede ser una fracción que contiene galactosa obtenida por cromatografía a partir de una lejía de la fabricación de la pasta al sulfito.

45 La solución de partida que contiene galactosa y arabinosa puede ser, p. ej. una lejía residual de la fabricación de la pasta al sulfito recuperada después de la separación de la parte principal de xilosa.

50 En una realización de la invención, el material de partida puede ser una corriente lateral obtenida después de la separación de la parte principal de manosa, dicha corriente lateral que contiene galactosa y restos de manosa y xilosa. La separación manosa se refiere a un proceso de recuperación de manosa a partir de lejía residual de sulfito después de la recuperación de la parte principal de xilosa y ramnosa.

Dicha solución procedente de la biomasa vegetal contiene generalmente galactosa y uno o más azúcares seleccionados de xilosa, manosa y ramnosa. En una realización de la invención, dicha solución procedente de biomasa vegetal contiene galactosa y arabinosa y opcionalmente manosa.

55 Dicha solución utilizada para la recuperación de galactosa es generalmente un hidrolizado de hemicelulosa de origen vegetal, que contiene galactosa y arabinosa, que generalmente contiene xilosa, galactosa y manosa en

cantidades aproximadamente iguales. Sin embargo, el hidrolizado de hemicelulosa de madera dura contiene generalmente más xilosa que galactosa o manosa. En el hidrolizado de hemicelulosa de origen vegetal, el contenido de galactosa es generalmente como mínimo del 5%, preferiblemente del 20% y más preferiblemente del 40%. El contenido de manosa es generalmente del 40% o más, preferiblemente del 20% o más y aún más preferiblemente del 5% o más. El contenido de xilosa es generalmente del 40% o más, preferiblemente del 20% o más y aún más preferiblemente del 5% o más.

El procedimiento de la invención proporciona D-galactosa cristalina de origen vegetal. Específicamente, el procedimiento de la invención proporciona D-galactosa cristalina de origen no animal. D-galactosa de origen no animal se refiere a D-galactosa no láctea y especialmente D-galactosa no a base de un hidrolizado de lactosa.

Además, procedimiento de la invención proporciona D-galactosa cristalina de origen vegetal que tiene un punto de fusión en el intervalo de 163 a 169°C y una pureza de más de 90%. En una realización preferida de la invención, el procedimiento de la invención proporciona D-galactosa cristalina procedente de material que contiene hemicelulosa de origen vegetal, que puede ser madera seleccionado de madera blanda o madera dura. El procedimiento de la invención también proporciona galactosa cristalina de origen vegetal que tiene una pureza de más de 90% en SS, más preferiblemente más de 95% en SS, incluso más preferiblemente más de 98% en SS y aún más preferiblemente más de 99,5% en SS.

El procedimiento de la invención también proporciona D-galactosa cristalina de origen vegetal que tiene un contenido máximo de D-glucosa de 0,50% en SS, preferiblemente un contenido máximo de D-glucosa de 0,30% en SS.

Además, procedimiento de la invención proporciona D-galactosa cristalina no procedente de animales que tiene un perfil de impurezas que comprende L-arabinosa y opcionalmente al menos un azúcar seleccionado de D-xilosa, D-manosa y L-ramnosa. En una realización de este aspecto de la invención, el perfil de impurezas comprende al menos uno de dichos azúcares en una cantidad de 0,03% en SS o más (al menos 0,03% en SS). En otra realización de este aspecto de la invención, el perfil de impurezas comprende L-arabinosa y/o D-manosa en una cantidad de 0,03% en SS o más. En una realización adicional de este aspecto de la invención, el perfil de impurezas comprende L-arabinosa y opcionalmente al menos uno de los azúcares seleccionados de D-xilosa, D-manosa y L-ramnosa en una cantidad de 0,10% en SS o más (por lo menos 0,10% en SS).

El procedimiento de la invención también proporciona D-galactosa cristalina no procedente de animales, que tiene un perfil de impurezas que comprende D-glucosa en una cantidad menor de 0,50%, preferiblemente menor de 0,30% en SS.

El procedimiento de la invención también proporciona D-galactosa cristalina no procedente de animales, que tiene un perfil de impurezas que comprende lactosa en una cantidad menor de 0,10%, preferiblemente menor de 0,03% en SS.

Además, el procedimiento de la invención proporciona D-galactosa cristalina no procedente de animales, que tiene un perfil de impurezas que comprende D-glucosa en una cantidad menor de 0,50% en SS, lactosa en una cantidad menor de 0,10% en SS y al menos otro azúcar seleccionado de D-xilosa, D-manosa y L-ramnosa. En una realización de este aspecto de la invención, el perfil de impurezas comprende al menos uno de dichos azúcares seleccionados de D-xilosa, L-arabinosa, D-manosa, L-ramnosa y D-lixosa en una cantidad de 0,03% en SS o más, generalmente L-arabinosa en una cantidad de 0,03% o más y/o D-manosa en una cantidad de 0,03% en SS o más. En otra realización de la invención, el perfil de impurezas comprende al menos uno de dichos azúcares en una cantidad de 0,10% en SS o más. En una realización adicional de la invención, el perfil de impurezas comprende D-glucosa en una cantidad menor de 0,30% y lactosa en una cantidad menor de 0,03% en SS.

En la D-galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención, la suma de cada una de las impurezas de azúcar seleccionados a partir de D-xilosa, L-arabinosa, D-manosa y L-ramnosa puede ser de hasta el 10% en SS, dependiendo de la pureza del producto galactosa. El límite superior para cada una de las impurezas de azúcar seleccionado de D-xilosa, L-arabinosa, D-manosa y L-ramnosa puede ser de hasta el 5% en SS, preferiblemente hasta el 2% en SS, más preferiblemente hasta el 1% en SS y aún más preferiblemente hasta el 0,5% en SS, dependiendo de la pureza del producto galactosa. El límite inferior de dichas impurezas del azúcar es el definido en las reivindicaciones, es decir, generalmente 0,03% en SS. Sin embargo, el límite inferior por ejemplo, para D-xilosa puede ser incluso tan baja como cero, dependiendo del nivel de pureza del producto galactosa.

La D-galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención es D-galactosa de origen vegetal, que procede de la biomasa vegetal, tal como un hidrolizado de hemicelulosa de origen vegetal o de un extracto de hemicelulosa de origen vegetal. En una realización preferida de la invención, la D-galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención procede de la madera.

La D-galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención se caracteriza además por un punto de fusión comprendido en el intervalo de 163 a 169°C.

La D-galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención es útil en productos farmacéuticos y alimenticios. Especialmente, la D-galactosa cristalina de origen vegetal obtenida por el procedimiento de la invención es útil como productos intermedios farmacéuticos y como ingredientes en productos farmacéuticos, por ejemplo como estabilizador en soluciones intravenosas para uso médico.

- 5 La galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención es útil también como producto intermedio para la preparación de principios farmacéuticamente activos, por ejemplo 2-desoxi-2-ribose, L-desoxitimidina, D-tagatosa, D-fucosa y D-lixonato de potasio.

10 La D-galactosa cristalina de origen vegetal obtenida por el procedimiento de la invención es útil también como ingredientes alimentarios en productos alimenticios, por ejemplo en las bebidas para deportistas como posible fuente de energía.

Además, la D-galactosa cristalina de origen vegetal obtenida por el procedimiento de la invención es útil como ingrediente en medios de cultivo celular, donde la D-galactosa es útil como nutriente o inductor en la fermentación.

15 Los siguientes ejemplos representan realizaciones ilustrativas de la invención sin limitar la invención de ninguna manera. Los ejemplos 1-5 describen la separación con resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas (resinas SBA). Los ejemplos 6-7 y 9 describen la separación con resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas (resinas SAC). El ejemplo 8 describe la separación con resinas tanto SBA como SCA. El ejemplo 10 describe la cristalización de galactosa. El ejemplo 11 es un análisis comparativo de las impurezas de monosacáridos de la D-galactosa cristalina obtenida por el procedimiento de la invención y muestras de galactosa comerciales.

Ejemplo 1

- 20 Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (resina SBA) en forma de SO_4^{2-} .

La lejía de partida utilizada para la separación de galactosa era una corriente lateral que contiene galactosa separada de la lejía residual de sulfito cálcico utilizada para la recuperación de xilosa. Se ha utilizado abedul como materia prima para la fabricación de pasta al sulfito.

- 25 La solución que contiene galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala piloto como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 0,225 m se llenó con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (Finex As 532 GC, 3,5% de DVB). La altura del lecho de resina era de 5,3 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era de 0,35 mm. La resina se regeneró en forma de sulfato (SO_4^{2-}). La temperatura de la columna y de la solución de alimentación y del agua eluyente era de 65°C. El caudal en la columna se ajustó a 25 l/h. El pH de la solución de alimentación era de 2,6.

30 La solución de alimentación tenía la siguiente composición en SS:

Galactosa: 23%

Xilosa: 40%

Manosa: 20%

- 35 Otros: 17%.

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 30 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: 12,5 l de solución de alimentación precalentada se bombeó a la parte superior del lecho de resina.

- 40 Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentado a la parte superior de la columna.

Etapa 4: Se recogieron 50 ml muestras de la solución efluente a intervalos de 5 min. La composición de las muestras se analizó con HPLC (columna amino), y una mezcla de agua y ACN se utilizó como eluyente.

- 45 El perfil de separación se presenta en la figura 1A y datos de las fracciones en la Tabla 1. Se puede observar que la xilosa empieza a eluir más tarde que otros azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma de sulfato se puede separar la galactosa de la xilosa. El pH del efluente (p. ej. la solución efluente) estaba comprendido entre 3,3 - 3,6.

Tabla 1. Datos de fracciones de una prueba de separación cromatográfica con una resina de SBA en de forma de SO_4^{2-}

	Fracción de galactosa	Fracción de xilosa
Volumen, l	22	16
Concentración, g/100 ml	8,8	8,2
Galactosa, % en SS	40,6	6,8
Manosa, % en SS	29,5	8,5
Xilosa, % en SS	9,8	77,8
Rendimiento en galactosa, %	78,3	9,8
Rendimiento en manosa, %	70,1	13,8
Rendimiento en xilosa, %	12,5	67,8

El rendimiento se calcula a partir de todos los componentes eluidos de la columna.

Ejemplo 2

- 5 Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (resina SBA) en forma SO_4^{2-} a escala industrial.

La lejía de partida utilizado para la separación era una corriente lateral que contiene galactosa separada de la lejía residual de sulfito de calcio utilizada para la recuperación de xilosa. Se había sido utilizado abedul como materia prima para la fabricación de pasta al sulfito.

- 10 La solución que contenía galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala piloto como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 1,0 m se rellenó con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (Finex AS 510 GC, 4,0% de DVB). La altura del lecho de resina era de aproximadamente 5,8 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era 0,27 mm. La resina se regeneró en de forma sulfato (SO_4^{2-}). La temperatura de la columna y de la solución de alimentación y del agua eluyente era de 57°C. El caudal en la columna se ajustó a 495 l/h. El pH de la solución de alimentación era de 2,6.

La solución de alimentación tenía la siguiente composición en SS:

Galactosa: 24%

Xilosa: 44%

- 20 Manosa: 10%

Arabinosa: 1,5%

Otros: 20,5%.

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

- 25 Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 30 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: Se bombearon 270 l de solución de alimentación precalentada a la parte superior del lecho de resina.

Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentado a la parte superior de la columna.

- 30 Etapa 4: Se recogieron muestras de la solución efluente a intervalos de 5 min. La composición de las muestras se analizó con HPLC (columna amino), y se utilizó como eluyente una mezcla de agua y ACN.

El perfil de separación se presenta en la figura 1 B y los datos de las fracciones de la Tabla 2. Se puede observar que la xilosa empieza eluyendo más tarde que otros azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio aniónico

fuertemente básica en forma de sulfato, la galactosa se puede separar de la xilosa. El pH del efluente (p. ej. la solución efluente) estaba comprendida entre 3,3 y 3.6.

Tabla 2. Datos de fracciones procedentes de una prueba de separación cromatográfica con una resina SBA en forma de SO_4^{2-} a escala industrial

	Fracción de galactosa	Fracción de xilosa
Volumen, l	247	659
Concentración, g/100 ml	8,3	8,4
Galactosa, % en SSR	58,2	6,5
Manosa, % en SSR	17,8	4,7
Xilosa, % en SSR	0,2	78,2
Glucosa, % en SSR	7,1	5,2
Rendimiento en galactosa, %	53,5	14,6
Rendimiento en manosa, %	38,1	24,7
Rendimiento en xilosa, %	0,1	99,4
Rendimiento en glucosa, %	22,2	39,9

- 5 El rendimiento se calcula a partir de todos los componentes eluidos de la columna.

Ejemplo 3

Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (resina SBA) en forma de SO_4^{2-} .

- 10 La lejía de partida utilizada para la separación era una corriente lateral que contiene galactosa separada de la lejía de sulfito de calcio residual utilizada para la recuperación de xilosa. Se había utilizado abedul como materia prima para la fabricación de pasta al sulfito.

- 15 La solución que contiene galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala de planta como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 2,74 m se rellenó con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (Finex AS 510 GC, 4,0% de DVB). La altura del lecho de resina era de aproximadamente 6,4 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era 0,27 mm. La resina se regeneró en forma de (SO_4^{2-}) . La temperatura de la columna y de la solución de alimentación y del agua eluyente era de 60°C. El caudal en la columna se ajustó a 770 l/h. El pH de la solución de alimentación estaba comprendido entre 2,5 y 2,8.

La solución de alimentación tenía la siguiente composición en SS:

- 20 Galactosa: 23%

Xilosa: 42%

Manosa: 8,5%

Glucosa: 7%

Otros: 19,5%.

- 25 La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 39 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: Se bombearon 1.890 l de solución de alimentación precalentada a la parte superior del lecho de resina.

- 30 Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentado a la parte superior de la columna.

Etapa 4: Se recogieron muestras de la solución efluente a intervalos de 5 min. La composición de las muestras se analizó con HPLC (columna amino) y se utilizó como eluyente una mezcla de agua y ACN.

Los datos de las fracciones se presentan en la Tabla 3. Puede observarse que la xilosa empieza eluyendo más tarde que otros azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma de sulfato se puede separar galactosa de xilosa. El pH del efluente (p. ej. la solución efluente) estaba comprendido entre 3,3 y 3,6.

Tabla 3. Datos de fracciones de una prueba de separación cromatográfica con una resina SBA en forma de (SO_4^{2-})

	Fracción de xilosa	Fracción de galactosa
Volumen, l	4.895	2.082
Concentración, g/100 ml	8,53	10,0
Galactosa, % en SSR	8,4	57,2
Manosa, % en SSR	5,4	17,5
Xilosa, % en SSR	65,8	0,7
Glucosa, % en SSR	4,7	11,2
Rendimiento en galactosa, %	16,2	54,9
Rendimiento en manosa, %	24,9	40,3
Rendimiento en xilosa, %	81,4	0,4
Rendimiento en glucosa, %	29,3	34,8

Ejemplo 4

Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma de SO_3^{2-} .

10 Una solución que contiene xilosa, manosa, galactosa, glucosa y arabinosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala preparativa como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 0,044 m se relleno con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (Zerolite FF, 7-9% de DVB). La altura del lecho de resina era de aproximadamente 84 cm. El tamaño medio de partícula de la resina era 0,13 mm. La resina se regeneró en forma de (SO_3^{2-}) . La temperatura de la columna, de
15 la solución de alimentación y del agua eluyente era de 55°C. El caudal en la columna se ajustó a 3 ml/min.

La solución de alimentación era una mezcla sintética que tiene la siguiente composición en SS (correspondiente aproximadamente a la composición de los principales componentes de azúcares en el hidrolizado de hemicelulosa de madera dura):

Galactosa: 10%

20 Xilosa: 60%

Manosa: 10%

Glucosa: 10%

Arabinosa: 10%.

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

25 Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 40 g de sustancia seca en 100 ml de solución.

Etapa 2: Se alimentaron 50 ml de solución de alimentación a la parte superior del lecho de resina.

Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna al alimentar agua de intercambio iónico precalentada a la parte superior de la columna.

30 Etapa 4: La solución efluente se recogió como muestras de 15 ml. La composición de las muestras se analizó como derivados de acetato de alditol con el equipo de CG; utilizando una columna de relleno y detección FID.

El perfil de separación se presenta en la figura 2. La manosa, la galactosa y la glucosa están eluyendo de la columna antes que la xilosa. La arabinosa está eluyendo después de la manosa, galactosa y glucosa, pero antes que la xilosa. Por lo tanto, con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma de sulfito la galactosa puede separarse bien de la xilosa.

5 Ejemplo 5

Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina fuertemente básica de intercambio aniónico en forma de HSO_3^- .

10 Una solución que contiene xilosa, manosa, galactosa y glucosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala preparativa como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 0,044 m se llenó con una resina de intercambio aniónico fuertemente básico (Zerolite IP, 3-4% de DVB). La altura del lecho de resina era de aproximadamente 20 cm. El tamaño medio de partícula de la resina era 0.13 mm. La resina se regeneró en forma de bisulfito (HSO_3^-). La temperatura de la columna, de la solución de alimentación y del agua eluyente era de 50°C. El caudal en la columna se ajustó a 1,4 - 1.6 ml/min.

15 La solución de alimentación era una mezcla sintética que contiene 68% de xilosa, manosa 8%, 8% de galactosa, 8% de glucosa, así como otros azúcares (correspondiente aproximadamente a la composición de hidrolizado de hemicelulosa de madera dura).

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 35 g de sustancia seca en 100 g de solución.

20 Etapa 2: 65 ml de solución de alimentación se alimentó a la parte superior del lecho de resina.

Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna al alimentar agua de intercambio iónico precalentado a la parte superior de la columna.

Etapa 4: La solución efluente se recogió como muestras de 10,5 ml. La composición de las muestras se analizó como derivados de sililación con el equipo de CG; utilizando una columna de relleno y detección FID.

25 El perfil de separación se presenta en la figura 3. La glucosa eluye en primer lugar y a continuación la manosa y la galactosa eluyen de la columna antes que la xilosa. Por lo tanto con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma de bisulfito la galactosa puede separarse bien de la xilosa y la glucosa.

Ejemplo 6

30 Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica en forma de Ba^{2+} .

35 Una solución que contiene galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala de planta como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 2,74 m se relleno con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida (Finex CS 08 GC, 4,0% de DVB) que estaba en forma de Ba^{2+} . La altura del lecho de resina era de aproximadamente 6,8 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era de 0,3 mm. La temperatura de la columna, de la solución de alimentación y del agua eluyente estaba comprendida entre 68 y 70°C. El caudal en la columna se ajustó a 0,69 m/h. El pH de la solución de alimentación era de aproximadamente 3,0.

La solución de alimentación tenía la siguiente composición en SS:

Galactosa: 17%

40 Xilosa: 29%

Manosa: 22%

Otros: 32%.

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

45 Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 35 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: Se bombearon 1.890 l de solución de alimentación precalentada a la parte superior del lecho de resina.

Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentada a la parte superior de la columna.

Etapa 4: Las muestras de la solución efluente se recogieron a intervalos de 5 min. La composición de las muestras se analizó con HPLC (columna amino), y una mezcla de agua y ACN se utilizó como eluyente.

El perfil de separación se presenta en la figura 4. La manosa comienza eluyendo después que los demás azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma de bario pueden separarse galactosa y xilosa de manosa.

5

Ejemplo 7

Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácido en forma de Pb^{2+} .

10

Una solución que contiene galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala piloto como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 0,1 m se rellenó con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida (Finex CA 16 GC, 8,0% de DVB) que estaba en forma de Pb^{2+} . La altura del lecho de resina era de aproximadamente 1,2 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era de 0,35 mm. La temperatura de la columna, de la solución de alimentación y del agua eluyente era de 65°C. El caudal en la columna se ajustó a 50 ml/min. El pH de la solución de alimentación era de 2,6.

15

La solución de alimentación tenía la siguiente composición en SS:

Galactosa: 23%

Xilosa: 40%

Manosa: 20%

Otros: 17%.

20

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 30 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: 800 ml de solución de alimentación precalentada se bombeó a la parte superior del lecho de resina.

25

Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentada a la parte superior de la columna.

Etapa 4: Se recogieron 50 ml de muestras de la solución efluente a intervalos de 3 min. La composición de las muestras se analizó con HPLC (columna amino), y una mezcla de agua y ACN se utilizó como eluyente.

30

El perfil de separación se presenta en la figura 5. La manosa comienza eluyendo después que los demás azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma de plomo la galactosa y la xilosa se pueden separar de la manosa. El pH del efluente (p. ej., la solución efluente) estaba comprendido entre 3 y 4.

Ejemplo 8

Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácido en forma de Ba^{2+} .

35

La lejía de partida utilizada para la separación de galactosa era una corriente lateral que contiene galactosa separada de una separación SBA en forma de sulfato preparada según el ejemplo 1. La solución que contiene galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala piloto como un proceso discontinuo. Una columna con un diámetro de 0,01 m se rellenó con una resina fuertemente ácida de intercambio catiónico (Korela V06, 4% de DVB) en forma de Ba^{2+} . La altura del lecho de resina era de aproximadamente 1,6 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era de 0,25 mm. La temperatura de la columna, de la solución de alimentación y del agua eluyente era de 65°C. El caudal en la columna se ajustó a 50 ml/min. El pH de la solución de alimentación era de aproximadamente 2,7.

40

La solución de alimentación (procedente de la separación con una resina de SBA en forma de SO_4^{2-}) tenía la siguiente composición (referida a SS):

Galactosa: 58%

45

Xilosa: 1%

Manosa: 18%.

La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 25 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: Se bombearon 600 ml de solución precalentada a la parte superior del lecho de resina.

5 Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentada a la parte superior de la columna.

Etapa 4: Se recogieron muestras de la solución efluente a intervalos de 5 min. La composición de las muestras se analizó con HPLC (columna amino) y se utilizó una mezcla de agua y ACN como eluyente.

10 El perfil de separación se presenta en la figura 6. La manosa comienza eluyendo después que demás azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio de cationes fuertemente ácida en forma de Ba^{2+} , la galactosa y la xilosa se pueden separar de la manosa.

Ejemplo 9

Separación cromatográfica de una solución que contiene galactosa con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma de Ba^{2+} .

15 La lejía de partida utilizada para la separación era una corriente lateral que contiene galactosa separada de la lejía residual de sulfito a base de Ca^{2+} utilizada para la recuperación de xilosa. Se había utilizado abedul como materia prima para la fabricación de pasta al sulfito.

20 La solución que contiene galactosa se sometió a separación cromatográfica. La separación se realizó en una columna de separación cromatográfica a escala de planta como un proceso discontinuo. La columna con un diámetro de 2,74 m se relleno con una resina de intercambio aniónico fuertemente básica (Finex CS 08 GC, 4,0% de DVB). La altura del lecho de resina era de aproximadamente 6,8 m. El tamaño medio de las partículas de la resina era de 0,3 mm. La resina se regeneró en forma de bario (Ba^{2+}) La temperatura de la columna, de la solución de alimentación y del agua eluyente fue de 68°C. El caudal en la columna se ajustó a 690 l/h. El pH de la solución de alimentación fue de 2,5 a 2,8.

La solución de alimentación tenía la siguiente composición en SS:

25 Galactosa: 47%

Xilosa: 3%

Manosa: 17%

Glucosa: 11%

Otros: 22%.

30 La separación cromatográfica se llevó a cabo de la forma siguiente:

Etapa 1: La sustancia seca de la solución de alimentación se ajustó a 35 g de sustancia seca en 100 g de solución según el índice de refracción (IR) de la solución.

Etapa 2: Se bombearon 1.740 l de solución de alimentación precalentada a la parte superior del lecho de resina.

35 Etapa 3: La solución de alimentación se eluyó en sentido descendente en la columna alimentando agua de intercambio iónico precalentada a la parte superior de la columna.

Etapa 4: Se recogieron muestras de la solución efluente de los cortes de fracciones. Se analizó la composición de las muestras con HPLC (columna amino), se utilizó como eluyente una mezcla de agua y ACN.

40 Los datos de la fracción se muestran en la Tabla 4. Comienza eluyendo manosa después de los demás azúcares. Por lo tanto con una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida en forma de bario la galactosa y la xilosa pueden separarse de la manosa. El pH del efluente (p. ej., la solución efluente) estaba comprendido entre 3,3 y 3,6.

Tabla 4. Datos de fracciones de una prueba de separación cromatográfica con una resina SAC en forma Ba^{2+}

	Fracción de galactosa
Volumen, l	3.013
Concentración, g/100 ml	13,2

	Fracción de galactosa
Galactosa, % en SSR	66,9
Manosa, % en SSR	11,0
Xilosa, % en SSR	4,3
Glucosa, % en SSR	9,0
Rendimiento en galactosa, %	69,6
Rendimiento en manosa, %	30,6
Rendimiento en xilosa, %	76,5
Rendimiento en glucosa, %	47,7

El rendimiento se calcula a partir de todos los componentes eluidos de la columna.

Ejemplo 10

Cristalización de galactosa

(1) Cristalización de la primera cosecha de cristales

- 5 32,0 kg de un jarabe de galactosa obtenido de una separación cromatográfica con una resina SAC en forma de (Ba^{2+}) y dos separaciones cromatográficas con una resina SBA en forma de (SO_4^{2-}) y que tiene un solución salina de 35% y un contenido en galactosa de 53% en solución salina, referido al contenido en sólidos secos refractométricos (SSR) de galactosa pura, se concentró por evaporación a SSR de 72% y y se pasó a un cristizador de enfriamiento de 10 litros a una temperatura de 65°C. Se hizo la siembra al jarabe de galactosa con 0,05% de cristales de siembra de galactosa en solución salina.

La masa se enfrió por debajo de una temperatura de 60°C a una temperatura de 20°C. La torta de cristalización se recuperó después de 40 horas de la siembra por centrifugación, con lo que se obtuvo una pureza de la torta del 92,1% en SS. El resultado de la centrifugación corresponde a un rendimiento de sustancia seca del 29%. El tamaño de los cristales fue de 200 a 300 μm .

- 15 (2) Cristalización para purificación.

1.873 g de cristales de galactosa de la primera cristalización del cultivo se disolvieron en agua. Se evaporó jarabe de galactosa que tiene un SS de 18% hasta SSR de 64% y se pasó a un recipiente de reacción de 2 litros a una temperatura de 60°C. La siembra se hizo en el jarabe de galactosa con 0,02% de gérmenes en SS.

- 20 La masa se enfrió por debajo de una temperatura de 60°C hasta una temperatura de 20°C. La torta de cristalización se recuperó después de 40 horas desde la siembra por centrifugación, con lo que se obtuvo una pureza superior al 99,5% de la torta en SS. El resultado de la centrifugación corresponde a un rendimiento de sustancia seca del 66%. El tamaño de los cristales fue de 300 a 500 μm . Los cristales se secaron en un horno a una temperatura de 60°C durante 12 horas. Se analizó el contenido en agua de los cristales que fue del 0,1%.

(3) Cristalización del producto de galactosa

- 25 5.200 kg de un jarabe galactosa obtenidos de la separación cromatográfica con una resina SAC en forma de (Ba^{2+}) , una resina SBA en forma de (SO_4^{2-}) y una resina SAC en forma de (Ba^{2+}) y que tiene SS del 30% y un contenido en galactosa de 64% en SS, se evaporó hasta un SS del 72% y se pasó a un cristizador de enfriamiento de 2.000 litros a 68°C. La siembra (a 68°C, un SS de 73%) se hizo en el jarabe hirviendo con gérmenes de cristales de galactosa al 0,05% en SS.

- 30 La masa se enfrió por debajo de una temperatura de 68°C hasta una temperatura de 28°C. Después de 60 horas desde la siembra, la centrifugación dio una pureza de la torta cristalina de 98,3% en SS. El resultado de la centrifugación corresponde a un rendimiento de sustancia seca del 31%. El tamaño de los cristales estaba comprendido entre 100 y 200 μm . Los cristales se secaron en un secador de vacío giratorio a una temperatura de 70°C durante 12 horas. El contenido de humedad de los cristales se analizó, siendo del 0,13%.

- 35 Ejemplo 11

Análisis comparativo de las impurezas de monosacáridos (azúcar) de la D-galactosa cristalina la invención y de las muestras comerciales de D-galactosa

5 Muestras de D-galactosa cristalina de la invención (a base de lejía de sulfito de calcio residual), así como muestras de los cristales de manosa comerciales comparativos se sometieron al ensayo de monosacáridos. Los monosacáridos (D-galactosa así las impurezas D-xilosa, L-arabinosa, L-ramnosa y D-manosa) se determinaron por HPLC (Dionex), columna de intercambio aniónico (PA1) y detector electroquímico (PED). La D-glucosa se determinó por HPLC, columna de Pb y detector refractométrico. Los resultados del análisis se presentan en la Tabla 5.

10 En la Tabla 5, las muestras 1, 2, 3 y 4 representan D-galactosa cristalina de la invención. La muestra 1 se obtuvo por fraccionamiento cromatográfico según el ejemplo 2 (resina SBA en forma de SO_4^{2-}) seguido de cristalización según el ejemplo 10(3). La muestra 2 se obtuvo por fraccionamiento cromatográfico según el ejemplo 2 (resina SBA en forma de SO_4^{2-}) seguido de cristalización según el ejemplo 10(2). Las muestras 3 y 4 se obtuvieron por fraccionamiento cromatográfico, según los ejemplos 3 y 9 (separación con una resina SBA en forma de SO_4^{2-} y separación con una resina SAC en forma de Ba^{2+}) seguido de cristalización similar según el ejemplo 10(2).

Las muestras de galactosa de comparación eran muestras de D-galactosa comercial fabricadas por Sigma y BDH.

15 Por otra parte, una muestra adicional de la invención (muestra 5) se sometió al ensayo de monosacáridos con HPLC, columna amino y detector refractométrico. La muestra 5 se obtuvo por fraccionamiento cromatográfico, según los Ejemplos 3 y 9 (separación con resina SBA en forma de SO_4^{2-} y separación con una resina SAC en forma de Ba^{2+}) seguido de cristalización similar según el Ejemplo 10(1). Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Tabla 5. Contenido de impurezas de monosacáridos de muestras de cristales de galactosa (% en solución salina)

Muestras de galactosa	D-galactosa	L-fucosa	L-ramnosa	L-arabinosa	D-manosa	D-glucosa	D-xilosa
Muestra 1	98,3	<0,01	0,03	0,40	0,22	0,35	-
Muestra 2	99,5	<0,01	<0,01	0,29	0,05	0,25	-
Muestra 3	98,5	-	0,08	0,18	0,23	0,23	0,17
Muestra 4	97,5	-	0,10	0,18	0,32	0,22	0,19
Sigma G-0625, lote 042K0130	95,3	<0,01	-	-	<0,01	0,62	-
BDH, lote 1353890	82,3	0,04	-	<0,01	-	1,46	-
Sigma G-6404, lote 73H02713	94,6	<0,01	<0,01	-	-	0,60	-

Tabla 6. Contenido de impurezas de monosacáridos de muestras de cristales de galactosa (% en SS)

Muestras de galactosa	D-galactosa	L-ramnosa	L-fucosa	D-xilosa	L-arabinosa	D-fructosa	D-manosa
Muestra 5	94,3	0,37	0,06	0,33	0,28	0,03	0,95

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de recuperación de galactosa a partir de una solución procedente de biomasa vegetal que contiene galactosa y arabinosa que comprende:
- 5 someter dicha solución a fraccionamiento cromatográfico por lo que el fraccionamiento cromatográfico comprende una o más etapas de fraccionamiento cromatográfico utilizando un material de relleno de la columna seleccionado de resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas donde la forma iónica se selecciona de SO_4^{2-} , SO_3^{2-} y HSO_3^- y
- una o más etapas de fraccionamiento cromatográfico utilizando un material de relleno de la columna seleccionado de resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas,
- 10 en cualquier secuencia deseada,
- recuperar al menos una fracción enriquecida en galactosa que tiene un contenido en galactosa de 38 a 95% de SSR,
- someter al menos dicha fracción enriquecida en galactosa a cristalización, y
- recuperar un producto de galactosa cristalina de origen vegetal que tiene una pureza superior al 90% en SS.
- 15 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la forma iónica de dichas resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas es HSO_3^- .
3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde dicho fraccionamiento con resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas comprende dos etapas con una resina en forma de HSO_3^- .
- 20 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la forma iónica de dicha resina de intercambio aniónico fuertemente ácida se selecciona de Ba^{2+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} y Sr^{2+} .
5. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la forma iónica de dicha resina de intercambio aniónico fuertemente ácida es Ba^{2+} .
6. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el fraccionamiento cromatográfico proporciona un rendimiento de galactosa de 35 a 95%.
- 25 7. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización se lleva a cabo utilizando un disolvente seleccionado de agua y una mezcla de agua y alcohol como disolvente de cristalización.
8. Un procedimiento según la reivindicación 7, en donde el disolvente de cristalización es una mezcla de etanol y agua.
9. Un procedimiento según la reivindicación 8, en donde el disolvente de cristalización es agua.
- 30 10. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina con una pureza superior al 95% en SS.
11. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina con una pureza superior al 98% en SS.
- 35 12. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina con una pureza superior al 99,5% en SS.
13. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina con un contenido máximo de D-glucosa 0,50% en SS.
14. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina con un contenido máximo de D-glucosa 0,30%.
- 40 15. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina con un perfil de impurezas que comprende arabinosa y opcionalmente al menos un azúcar seleccionado de xilosa y manosa.
16. Un procedimiento según la reivindicación 15, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina, donde el perfil de impurezas comprende al menos uno de dichos azúcares en una cantidad del 0,03% o más en SS.
- 45 17. Un procedimiento según la reivindicación 16, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina, donde el perfil de impurezas comprende arabinosa en una cantidad del 0,03% o más en SS.

18. Un procedimiento según la reivindicación 17, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina, donde el perfil de impurezas comprende manosa en una cantidad del 0,03% o más en SS.
19. Un procedimiento según la reivindicación 15, en donde la cristalización proporciona galactosa cristalina, donde el perfil de impurezas comprende al menos uno de dichos azúcares en una cantidad del 0,10% o más.
- 5 20. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el procedimiento comprende además una o más etapas de purificación seleccionadas de filtración en membrana, intercambio iónico, evaporación y filtración llevadas a cabo antes, después o entre dicha(s) etapa(s) de fraccionamiento cromatográfico.
21. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el procedimiento comprende además cristalización entre dichas etapas de fraccionamiento cromatográfico.
- 10 22. Un procedimiento según la reivindicación 21, en donde dicha cristalización comprende cristalización por precipitación de xilosa.
23. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde dicha biomasa vegetal es un hidrolizado procedente de material de madera.
- 15 24. Un procedimiento según la reivindicación 23, en donde dicha biomasa vegetal es un hidrolizado procedente de madera blanda o madera dura.
25. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde dicha solución procedente de biomasa vegetal es una lejía residual obtenida de un proceso de fabricación de pasta de papel.
26. Un procedimiento según la reivindicación 25, en donde dicha lejía residual obtenida de un proceso de fabricación de pasta de papel es una lejía residual de un proceso de fabricación de pasta de papel al sulfito.
- 20 27. Un procedimiento según la reivindicación 26, en donde dicha lejía residual de fabricación de pasta de papel al sulfito es una lejía residual de fabricación de pasta de papel al sulfito recuperada después de la separación de la parte principal de xilosa.
28. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde dicha galactosa es D-galactosa.
- 25 29. Un procedimiento según la reivindicación 15, en donde dicha xilosa es D-xilosa, dicha arabinosa es L-arabinosa y dicha manosa es D-manosa.

Figura 1A

SEPARACIÓN DE GALACTOSA

SBA (SO_4^{2-})

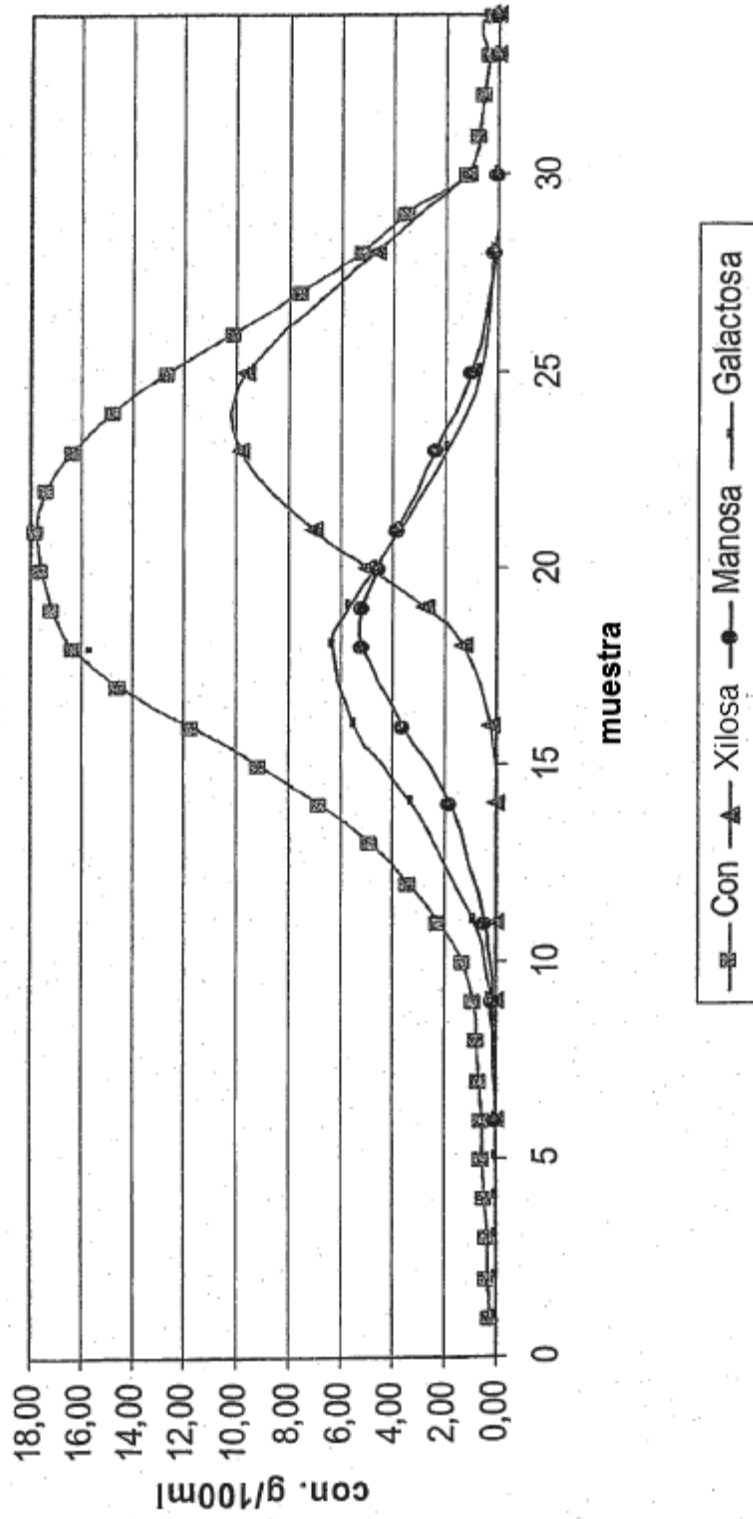


Figura 1B

Separación de galactosa
SBA (SO₄²⁻)

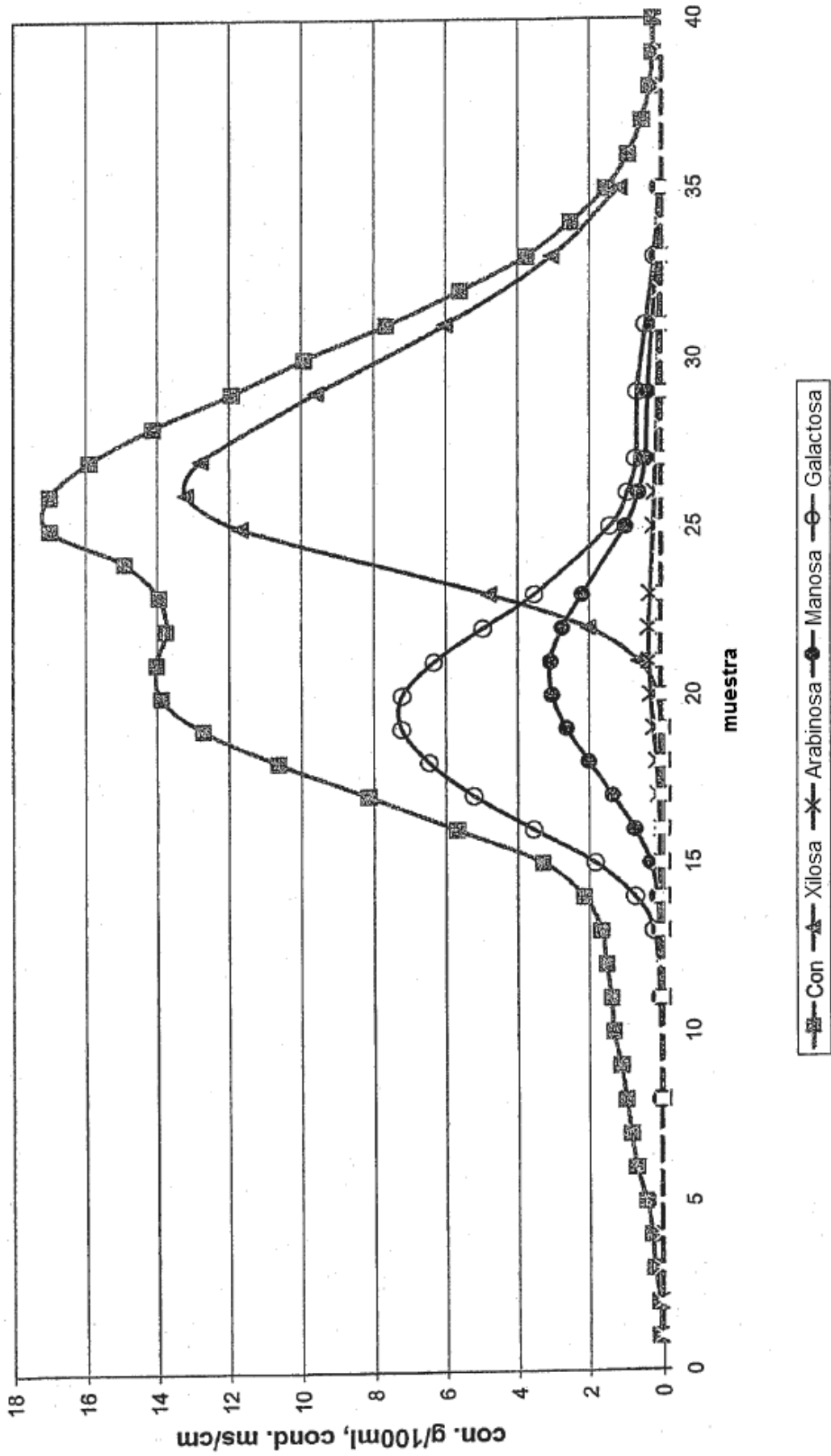
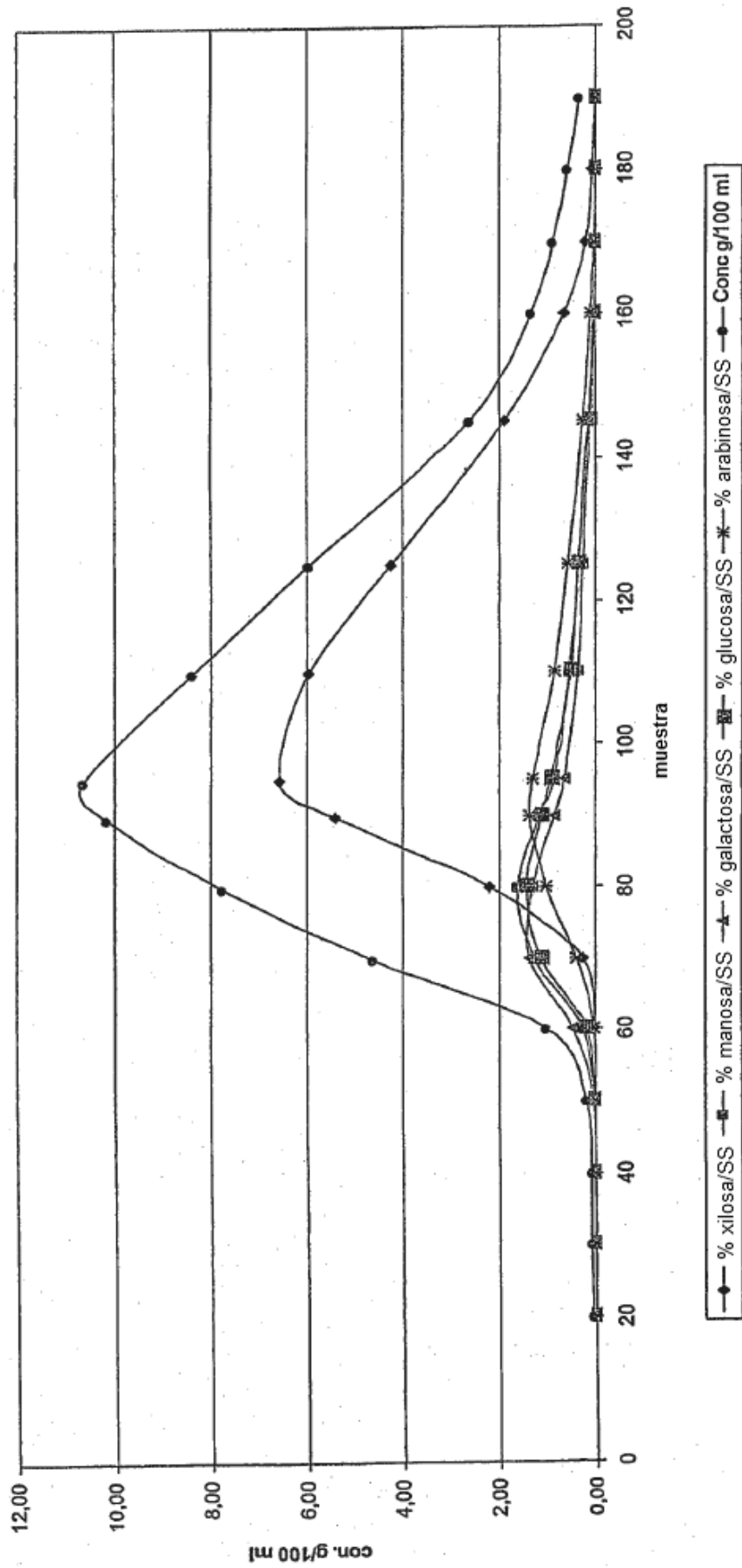


Figura 2

SEPARACIÓN DE GALACTOSA
SBA(SO₃²⁻)



SEPARACIÓN DE GALACTOSA
SBA (HSO₃)

Figura 3

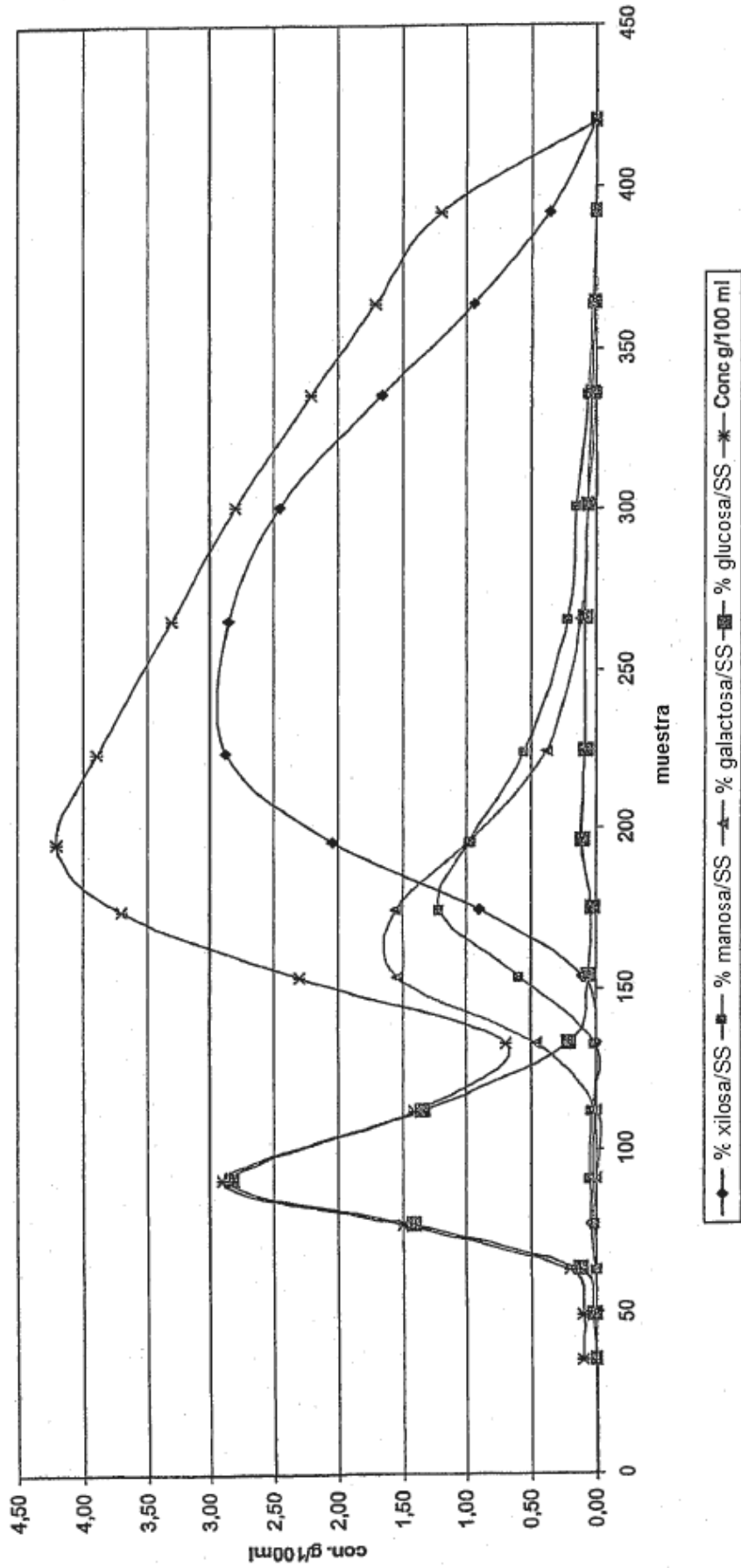


Figura 4

SEPARACIÓN DE GALACTOSA
SAC (Ba²⁺)

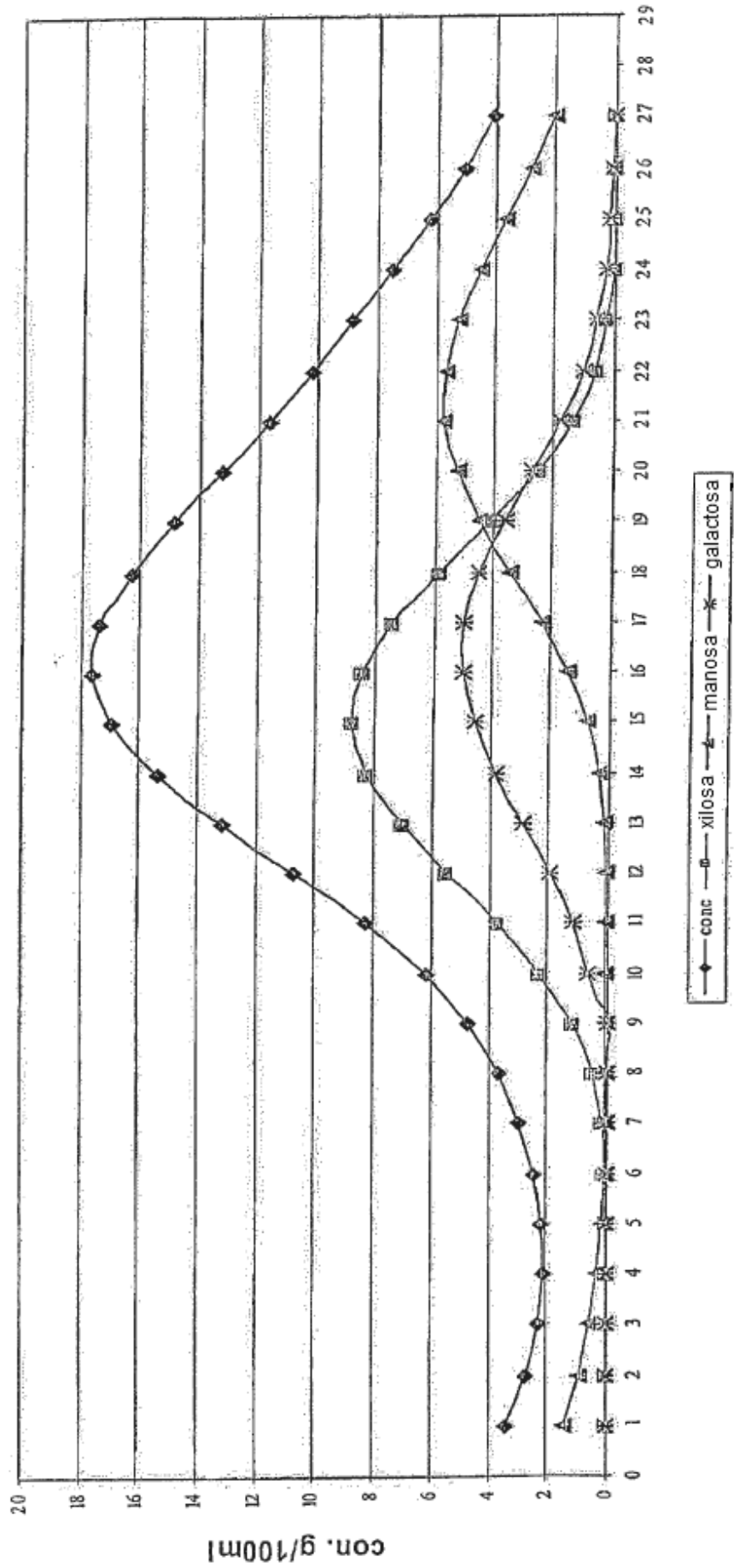


Figura 5

SEPARACIÓN DE GALACTOSA

SAC (Pb^{2+})

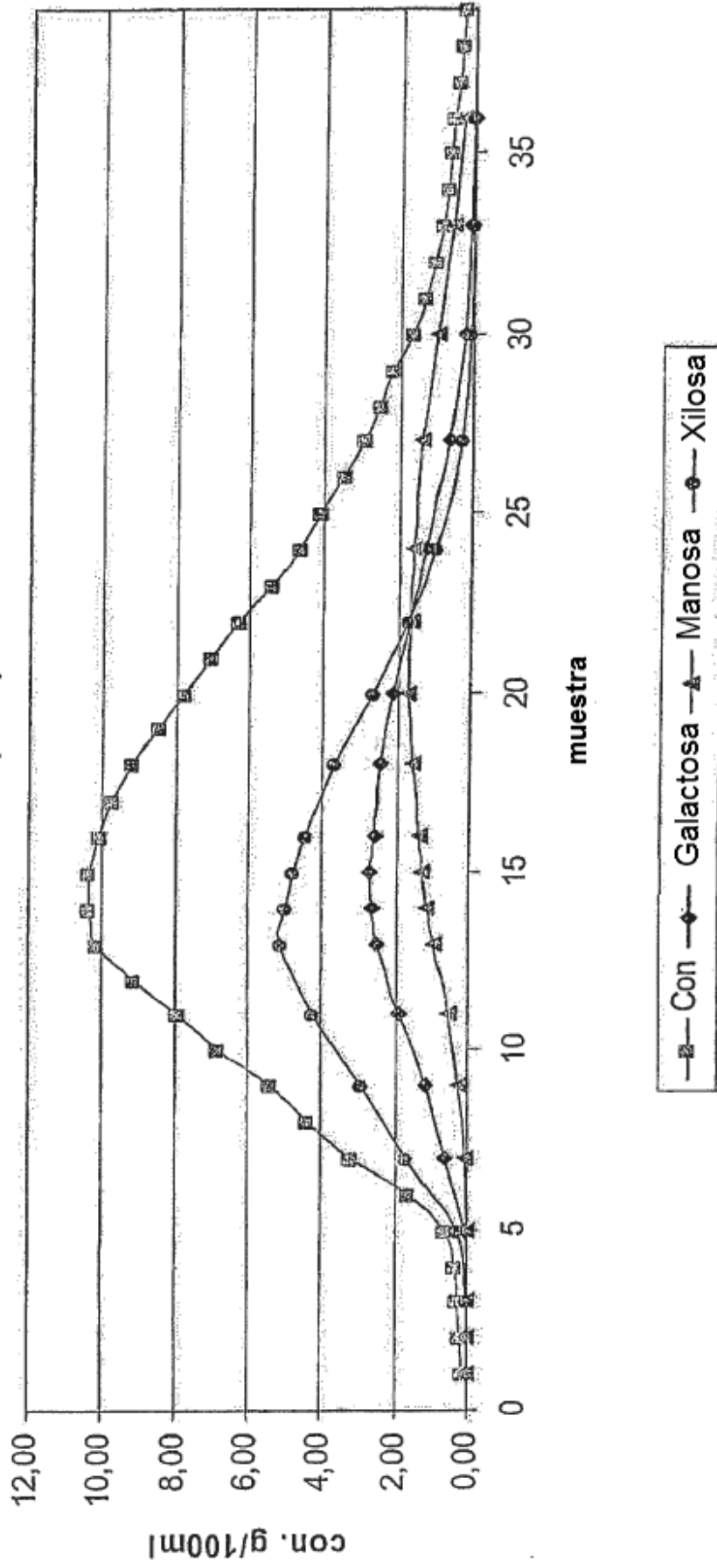


Figura 6

SEPARACIÓN DE GALACTOSA
SAC (Ba 2f)

