

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
	(21) 459.177	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	26-5-1977	

A 1 459.177 780501 C13K 3/00

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
690.768	27-5-76	EE.UU.
690.769	27-5-76	"
702.831	6-7-76	"

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISORIA
	B01D, C07H	

(44) TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR COMPONENTES DE UNA MEZCLA DE ALIMENTACION QUE COMPRENDE UNA CETOSA Y UNA ALDOSA"

(71) SOLICITANTE (S)
UOP INC. (Case 1754)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
En UOP Plaza, Algonquin & Mt. Prospect Roads, Des Plaines, Illinois, Estados Unidos de América

(72) INVENTOR (ES)
Richard William Neuzil y James William Priegnitz

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P-65.946)

1 El sector de la técnica al que pertenece este  
invento es la separación, por absorción en lecho sólido,  
de monosacáridos. Más específicamente el invento se re-  
fiere a un procedimiento para separar un componente desde  
5 una mezcla que comprende una cetosa y una aldosa, el cual  
procedimiento emplea un adsorbente que comprende un alumi-  
nosilicato cristalino que adsorbe selectivamente la cetosa  
o la aldosa desde la mezcla de alimentación.

Es bien sabido en la técnica de separación  
10 que se pueden utilizar aluminosilicatos cristalinos para  
separar ciertos tipos de hidrocarburos a partir de mezclas  
de los mismos, tales como la separación de parafinas nor-  
males desde parafinas de cadenas ramificadas y la separa-  
ción de hidrocarburos olefínicos desde hidrocarburos para-  
15 fínicos. Las zeolitas X e Y han sido empleadas en proce-  
dimientos para separar isómeros de hidrocarburos indivi-  
duales. Así, se utilizan adsorbentes que comprenden zeoli-  
tas X e Y para separar isómeros de benceno trisustituídos  
con radicales alcoholo (memoria de patente de los Estados  
20 Unidos 3.114.782); para separar isómeros aromáticos mono-  
cíclicos tetrasustituídos con radicales alcoholo (patente  
de los Estados Unidos 3.864.416); y para separar naftale-  
nos sustituídos con radicales alcoholo, específicos (en la  
patente de los Estados Unidos 3.668.267). Posiblemente  
25 los procedimientos más extensamente utilizados son los  
empleados para separar para-xileno desde una mezcla de  
compuestos aromáticos de 8 átomos de carbono. (Véanse  
patentes de los Estados Unidos números 3.558.730; 3.558.732;  
3.626.020; 3.663.638; y 3.734.974).

30 En contraste, el presente invento se refiere a

1 la separación de compuestos no hidrocarbonados y más es-  
pecíficamente a la separación de monosacáridos. Se ha  
descubierto que adsorbentes que comprenden ciertas zeolitas,  
5 que contienen uno o más cationes seleccionados en los lugares  
catiónicos intercambiables, manifiestan una selectividad por  
adsorción para una cetosa con respecto a una aldosa, mientras  
que otras ciertas zeolitas intercambiadas catiónicamente  
manifiestan selectividad para una aldosa con respecto a una  
10 cetosa, haciendo posible de este modo la separación de una  
cetosa (o aldosa) desde una mezcla que comprende una cetosa  
y una aldosa, por adsorción selectiva en lecho sólido. En una  
forma específica de realización el presente procedimiento se  
dirige a separar fructosa a partir de una mezcla que comprende  
15 fructosa y glucosa.

Se considera que la fructosa es el más soluble y el más dulce  
de los azúcares. Con relación a la sacarosa que tiene un grado  
de dulzura de 1,0, la fructosa tiene un grado de dulzura relativo  
de aproximadamente 1,4 mientras que el de la glucosa es de 0,7.  
20 La bibliografía indica que una de las utilidades de la fructosa  
en forma pura es como un manantial de calorías para pacientes que  
deben ser alimentados intravenosamente, mientras que la glucosa  
no es apropiada para alimentación intravenosa. Mientras que la  
fructosa existe ampliamente en la naturaleza, los métodos para  
aislar fructosa de elevado grado de pureza son, sin embargo, más  
difíciles que el método principal para obtener glucosa de alta  
pureza. Glucosa de alta pureza es preparada con facilidad a  
partir de almidón por hidrólisis con ácidos minerales a temperatura  
30

1 elevada, seguido por refinamiento y cristalización, mien-  
tras que otro método de obtener fructosa de alta pureza  
implica hidrólisis de sacarosa, separación de un complejo  
insoluble de cal y fructosa, acidificación del complejo  
5 con ácidos que forman sales cálcicas insolubles, elimi-  
nación de contaminantes catiónicos y aniónicos, concen-  
tración de la solución resultante, y finalmente cristali-  
zación de fructosa. Se han realizado extensos estudios  
acerca de la producción de fructosa por hidrólisis de  
10 polisacáridos portadores de fructosa extraídos de la al-  
cachofa de Jerusalen o tupinambo. También se han inten-  
tado diversos métodos de separar glucosa a partir de  
azúcar invertido, dejando fructosa, tales como la forma-  
ción de derivados bencidínicos insolubles de glucosa y de  
15 compuestos de reacción por adición con cloruro de sodio  
de glucosa, pero estos métodos no han sido realizables en  
la práctica.

Correspondientemente, un objetivo amplio  
del presente invento consiste en crear un procedimiento  
20 para separar la cetosa y la aldosa desde una mezcla de  
alimentación que contiene ambos componentes para producir  
corrientes de productos de cetosa y aldosa que contengan  
mayores concentraciones de la cetosa y la aldosa, res-  
pectivamente, que las que estaban contenidas en la mezcla  
de alimentación. Más específicamente, un objetivo del  
25 invento es crear un procedimiento para producir concen-  
trados de la fructosa y la glucosa a partir de una mezcla  
de alimentación, tal como una solución de azúcar inverti-  
do o un jarabe de maíz con alto contenido de fructosa,  
30 que contenga los dos componentes.

1 Correspondientemente, el presente invento se  
dirige a un procedimiento para separar componentes de una  
mezcla de alimentación que comprende una cetosa y una al-  
dosa, el cual procedimiento comprende poner en contacto  
5 dicha mezcla en condiciones de adsorción con un adsorbente  
que comprende un aluminosilicato cristalino seleccionado  
de:

10 (1) una zeolita X que contiene en lugares  
catiónicos intercambiables un catión seleccionado del  
grupo que consiste en sodio, potasio, bario y estroncio;  
y

15 (2) una zeolita Y que contiene en lugares  
catiónicos intercambiables al menos un catión seleccionado  
del grupo que consiste en amonio, sodio, potasio, calcio,  
estroncio, bario y combinaciones de los mismos

20 para adsorber selectivamente de este modo  
uno de dichos componentes, y después de ello poner en  
contacto el adsorbente, que contiene el componente adsor-  
bido, con un desorbente, y recuperar el componente desor-  
bido resultante.

25 En otra forma de realización del invento la  
mezcla de alimentación es puesta en contacto con un adsor-  
bente que comprende una zeolita X que contiene en lugares  
catiónicos intercambiables un catión seleccionado del  
grupo que consiste en sodio, bario y estroncio, para adsor-  
ber selectivamente de este modo la cetosa y después de  
ello recuperar la cetosa por desorción.

30 En una forma adicional de realización, la  
mezcla de alimentación es puesta en contacto con un adsor-  
bente que comprende una zeolita X que contiene en lugares

1 cationicos intercambiables un par de cationes selecciona-  
do del grupo que consiste en bario y potasio así como ba-  
rio y estroncio, para adsorber selectivamente de este modo  
la cetosa y después de ello recuperar la cetosa por de-  
5 sorción.

Todavía en otra forma de realización, la  
mezcla de alimentación es puesta en contacto en condi-  
ciones de adsorción con un adsorbente que comprende una  
zeolita X que contiene cationes potasio en lugares cati-  
10 nicos intercambiables, para adsorber selectivamente de es-  
te modo la aldosa y después de ello recuperar la aldosa  
por desorción.

Todavía en otra forma de realización la mez-  
cla de alimentación es puesta en contacto con un adsor-  
15 bente que comprende una zeolita Y que contiene en lugares  
cationicos intercambiables al menos un catión seleccionado  
del grupo que consiste en amonio, sodio, potasio, calcio,  
estroncio, bario y sus combinaciones; para adsorber se-  
lectivamente de este modo la cetosa y después de ello  
20 recuperar la cetosa por desorción.

En una forma de realización escalonada, el  
invento comprende:

(a) poner en contacto la mezcla de alimen-  
tación con el adsorbente para adsorber selectivamente de  
25 este modo un componente (cetosa o aldosa); (b) retirar  
del adsorbente una corriente de producto refinado que  
comprende el otro componente; (c) poner en contacto di-  
cho adsorbente con un material desorbente para efectuar  
la desorción del componente adsorbido desde dicho adsor-  
30 bente; y (d) retirar de dicho desorbente una corriente de

1 "extracto" que comprende dicho componente adsorbido.

5 Preferiblemente el procedimiento escalonado comprende las operaciones de: (a) mantener una circulación neta de fluido a través de una columna de dicho adsorbente en una única dirección, la cual columna contiene al menos tres zonas que tienen funciones operativas separadas que se realizan en ellas y que están interconectadas en serie con las zonas terminales de dicha columna conectadas para proporcionar una conexión continua de dichas zonas; (b) 10 mantener una zona de adsorción de dicha columna, estando definida dicha zona por el adsorbente situado entre una corriente de entrada de alimentación en un límite aguas arriba de dicha zona y una corriente de salida de producto refinado en un límite aguas abajo de dicha zona; (c) 15 mantener una zona de purificación inmediatamente aguas arriba de dicha zona de adsorción, estando definida dicha zona de purificación por el adsorbente situado entre una corriente de salida de extracto en un límite aguas arriba de dicha zona de purificación y dicha corriente de entrada de alimentación en un límite aguas abajo de dicha zona de purificación; (d) 20 mantener una zona de desorción inmediatamente aguas arriba de dicha zona de purificación, estando definida dicha zona de desorción por el adsorbente situado entre una corriente de entrada de desorbente en un límite aguas arriba de dicha zona y dicha corriente de salida de extracto en un límite aguas abajo de dicha zona; (e) 25 hacer pasar dicha mezcla de alimentación dentro de dicha zona de adsorción en condiciones de adsorción para efectuar la adsorción selectiva de un componente (cetosa o aldosa) por dicho adsorbente en dicha zona de adsorción y retirar 30

1 una corriente de salida de producto refinado, que compren-  
de el componente no adsorbido, a partir de dicha zona de  
adsorción; (f) hacer pasar un material desorbente dentro  
5 de dicha zona de desorción en condiciones de desorción pa-  
ra efectuar el desplazamiento del compuesto adsorbido des-  
de el adsorbente en dicha zona de desorción; (g) retirar  
una corriente de salida de extracto, que comprende com-  
ponente adsorbido y material desorbido, desde dicha zona  
de desorción; (h) hacer pasar al menos una porción de di-  
10 cha corriente de salida de extracto a unos medios de se-  
paración y en ellos separar al menos una porción de dicho  
material desorbente para producir una corriente de produc-  
to de extracto que tiene una concentración reducida de ma-  
terial desorbente; y (i) hacer avanzar periódicamente a  
15 través de dicha columna de adsorbente, en una dirección  
aguas abajo con respecto a la circulación de fluido en di-  
cha zona de adsorción, la corriente de entrada de alimen-  
tación, la corriente de salida de producto refinado, la  
corriente de entrada de desorbente, y la corriente de sali-  
20 da de extracto para efectuar el desplazamiento de zonas  
a través de dicho adsorbente y la producción de corrientes  
de salida de extracto y de salida de producto refinado.

Otros objetivos y formas de realización del  
presente invento abarcan detalles acerca de mezclas de  
25 alimentación, adsorbentes, materiales desorbentes y con-  
diciones de trabajo, todos los cuales se describen aquí  
seguidamente en la descripción dada a continuación de cada  
una de las facetas del presente invento.

Las definiciones de diversos términos utiliza-  
30 dos por toda la memoria descriptiva serán útiles para poner

1 en claro el funcionamiento, los objetos y las ventajas del presente procedimiento.

5 Una mezcla de alimentación es una mezcla que contiene uno o más componentes de extracto y uno o más componentes de producto refinado, que han de ser separados por el presente procedimiento. El término "corriente de alimentación" indica una corriente de una mezcla de alimentación que pasa al adsorbente utilizado en el procedimiento.

10 Un "componente de extracto" es un compuesto o tipo de compuesto que es adsorbido más selectivamente por el adsorbente mientras que un "componente de producto refinado" es un compuesto o tipo de compuesto que es adsorbido menos selectivamente. En este procedimiento, cuando una cetosa es un componente de extracto, una aldosa es un componente de producto refinado, y viceversa. El término "material desorbente" significará generalmente un material capaz de desorber un componente de extracto. El término "corriente de desorbente" o "corriente de entrada de desorbente" indica la corriente a través de la cual pasa material desorbente al adsorbente. El término "corriente de producto refinado" o "corriente de salida de producto refinado" significa una corriente a través de la cual un componente de producto refinado es retirado del adsorbente. La composición de la corriente de producto refinado puede variar desde esencialmente 100% de material desorbente hasta esencialmente 100% de componentes de producto refinado. El término "corriente de extracto" o "corriente de salida de extracto" significará una corriente a través de la cual un material de extracto, que ha sido desorbido

15

20

25

30

1 por un material desorbente, es eliminado desde el adsor-  
bente. Similarmente, la composición de la corriente de  
extracto puede variar desde esencialmente 100% de material  
5 desorbente hasta esencialmente 100% de componentes de  
extracto. Al menos una porción de la corriente de extracto  
y preferiblemente al menos una porción de la corriente de  
producto refinado procedente del procedimiento de separa-  
ción son hechas pasar a medios de separación, típicamente  
fraccionadores, en donde es separado material desorbente  
10 para producir un producto de extracto y un producto refi-  
nado. Los términos "producto de extracto" y "producto re-  
finado" significan productos producidos por el procedimien-  
to, que contienen, respectivamente, un componente de ex-  
tracto y un componente de producto refinado en concentra-  
15 ciones más elevadas que las que se encuentran en la co-  
rriente de extracto y la corriente de producto refinado.  
Aunque es posible producir un producto de cetosa o un pro-  
ducto de aldosa de alta pureza (o ambos) con elevados gra-  
dos de recuperación, se apreciará que un componente de  
20 extracto jamás es adsorbido completamente por el adsorben-  
te, ni tampoco un componente de producto refinado es no  
adsorbido completamente por el adsorbente. Por lo tanto,  
pueden aparecer en la corriente de extracto cantidades  
variables de un componente refinado y, similarmente, pue-  
25 den aparecer cantidades variables de un componente de ex-  
tracto en la corriente de producto refinado dependiendo de  
las condiciones de realización del procedimiento que se  
empleen. Las corrientes de extracto y de producto refina-  
do son distinguidas adicionalmente una de otra y de la  
30 mezcla de alimentación por la relación de las concentra-

1 ciones de un componente de extracto y de un componente de  
producto refinado que aparece en la corriente particular.  
Más específicamente, la relación de la concentración de  
5 una cetosa, por ejemplo, a la de una aldosa adsorbida me-  
nos selectivamente será mínima en la corriente de producto  
refinado, luego más alta en la mezcla de alimentación y  
máxima en la corriente de extracto. Similarmente, la re-  
lación de la concentración de una aldosa adsorbida menos  
10 selectivamente a la de la cetosa adsorbida más selectiva-  
mente será máxima en la corriente de producto refinado,  
luego un poco menos alta en la mezcla de alimentación y  
mínima en la corriente de extracto.

15 El término "volumen de poros selectivo" del  
adsorbente es definido como el volumen del adsorbente que  
adsorbe selectivamente un componente de extracto desde  
la mezcla de alimentación. El término "volumen de huecos  
no selectivo" del adsorbente es el volumen del adsorben-  
te que no retiene selectivamente un componente de extracto  
20 desde la mezcla de alimentación. Este volumen incluye las  
cavidades del adsorbente que no contienen lugares adsor-  
bentes y los espacios vacíos intersticiales entre partícu-  
las adsorbentes. El volumen de poros selectivo y el vo-  
lumen de huecos no selectivo son expresados generalmente  
25 en cantidades volumétricas y tienen importancia para de-  
terminar los caudales apropiados de flúido que se requie-  
ren hacer pasar dentro de una zona de trabajo para que  
tengan lugar operaciones eficaces para una cantidad esta-  
blecida de adsorbente. Cuando "pasa" adsorbente dentro de  
una zona de trabajo (definida y descrita seguidamente) em-  
30 pleada en una forma de realización de este procedimiento,

1 su volumen de huecos no selectivo juntamente con su volumen de poros selectivos lleva fluido dentro de esa zona. El volumen de huecos no selectivos es utilizado para determinar la cantidad de fluido que debería pasar dentro de la

5 misma zona en una dirección en contracorriente con el adsorbente para desplazar el fluido presente en el volumen de huecos no selectivo. Si el caudal de fluido que pasa dentro de una zona es menor que el caudal o velocidad de volumen de

10 huecos no selectivo de material adsorbente que pasa dentro de esa zona, hay un arrastre neto de líquido dentro de la zona por el adsorbente. Dado que este arrastre neto es un fluido presente en el volumen de huecos no selectivo del adsorbente, comprende en la mayor parte de los casos componentes de alimentación retenidos menos selectivamente.

15 El volumen de poros selectivo de un adsorbente puede adsorber en ciertos casos porciones de material refinado a partir del fluido que rodea al adsorbente ya que en ciertos casos hay una competición o competencia entre material de extracto y material de producto refinado para lugares adsorbentes dentro del volumen de poros selectivo. Si una

20 gran cantidad de material de producto refinado con respecto a material de extracto rodea al adsorbente, el material de producto refinado puede ser suficientemente competitivo para ser adsorbido por el adsorbente.

25 Mezclas de alimentación que pueden ser cargadas en el procedimiento del invento serán las que comprenden una cetona y una aldosa, y más específica y preferentemente serán soluciones acuosas de una cetosa y una aldosa. Si bien la mezcla de alimentación puede contener

30 más de una cetosa y más de una aldosa, típicamente una

1 mezcla de alimentación contendrá una cetosa y una aldosa,  
cada una de ellas en concentraciones de aproximadamente  
0,5% en peso a aproximadamente 30% en peso y más preferi-  
blemente de aproximadamente 1% en peso a aproximadamente  
5 15% en peso. El procedimiento puede ser utilizado para  
separar una cetopentosa de una aldopentosa pero más tí-  
picamente será utilizada para separar una cetohehexosa de  
una aldohexosa. Cetohehexosas bien conocidas son fructosa  
(levulosa) y sorbosa; aldohexosas bien conocidas son glu-  
10 cosa (dextrosa), mannososa y galactosa, mientras que aldo-  
hexosas menos conocidas son gulosa, talosa, alosa, altrosa,  
e idosa. Mezclas de alimentación preferidas que contienen  
hexosas serán soluciones acuosas de azúcar invertido for-  
madas cuando sacarosa es hidrolizada por materiales ácidos  
15 para formar cantidades equimolares de fructosa y glucosa.  
Otras mezclas de alimentación preferidas serán soluciones  
acuosas de jarabe de maíz con alto contenido de fructosa  
(típicamente alrededor de 40-45%) producidas por la iso-  
merización enzimática de soluciones de glucosa.

20 El desorbente utilizado en el procedimien-  
to del invento deberá cumplir diversos criterios. En pri-  
mer término, deberá desplazar un componente de extracto a  
partir del adsorbente con caudales máxicos razonables sin  
ser adsorbido a su vez tan intensamente que impida indebi-  
25 damente que un componente de extracto desplace al mate-  
rial desorbente en un ciclo de adsorción subsiguiente. De-  
berá también ser más selectivo para todos los componentes  
de extracto con respecto a un componente de producto refi-  
nado que lo es para el material desorbente con respecto a  
30 un componente de producto refinado. Deberá ser compatible

1 con el adsorbente particular y con la mezcla de alimenta-  
ción particular. No deberá reducir ni destruir la selec-  
tividad crítica del adsorbente para un componente de ex-  
tracto con respecto a un componente de producto refinado.  
5 Deberá ser fácilmente separable de la mezcla de alimenta-  
ción que es hecha pasar al procedimiento, preferiblemente  
por destilación. Dado que los productos de refinado y de  
extracto son alimentos destinados al consumo humano, los  
materiales desorbentes también deberán ser no tóxicos.

10 Finalmente, materiales desorbentes deberán estar disponi-  
bles con facilidad y por lo tanto deberán ser de costo ra-  
zorable. El agua satisface estos criterios y es un mate-  
rial desorbente apropiado para el presente procedimiento.

15 Es sabido que ciertas características  
de adsorbentes son necesarias para la realización satis-  
factoria de un procedimiento de adsorción selectiva. En-  
tre tales características se encuentran: capacidad adsor-  
bente para un cierto volumen de un componente de extracto  
por volumen de adsorbente; también velocidades de adsor-  
ción y desorción suficientemente rápidas. Otra caracte-  
20 rística necesaria es la adptitud del adsorbente para se-  
parar componentes de la alimentación; en otras palabras,  
que el adsorbente posee selectividad por adsorción; (B) pa-  
ra un componente en comparación con otro componente. La  
25 selectividad, (B), tal como se utiliza por toda esta memo-  
ria descriptiva es definida como la relación de los dos  
componentes de la fase adsorbida con respecto a la relación  
de los mismos dos componentes en la fase no adsorbida en  
condiciones de equilibrio. La selectividad relativa se  
30 muestra como Ecuación 1 seguidamente.

Ecuación 1.

$$\text{Selectividad} = (B) = \frac{\% \text{ en volumen de C} / \% \text{ en volumen de D/A}}{\% \text{ en volumen de C} / \% \text{ en volumen de D/U}}$$

5 en donde C y D son dos componentes de la alimentación representados en por cien en volumen y los sufijos A y U representan respectivamente las fases adsorbidas y no adsorbidas. Cuando la selectividad entre dos componentes se aproxima a 1,0 no hay adsorción preferente por el adsorbente de un componente con respecto al otro. Cuando se comparan la selectividad por el adsorbente de un componente C con respecto al componente D, un valor de (B) mayor de 1,0 indica adsorción preferente del componente C dentro del adsorbente. Un valor de (B) menor de 1,0 indicaría que el componente D es adsorbido preferentemente dejando una fase no adsorbida más rica en componente C y una fase adsorbida más rica en componente D. Idealmente, los materiales desorbentes deberán tener una selectividad igual a aproximadamente 1 o menor de 1 con respecto a todos los componentes de extracto, de manera que todos los componentes de extracto puedan ser extraídos como una sola clase y todos los componentes de producto refinado sean rechazados nítidamente a la corriente del producto refinado. Si bien la separación de un componente de extracto a partir de un componente de producto refinado es teóricamente posible cuando la selectividad del adsorbente para el componente de extracto con respecto al componente de producto refinado es mayor que 1, se prefiere que dicha selectividad se aproxime a un valor de 2. Igual que la volatilidad relativa, cuanto mayor es la selectividad, tanto más fácil es de realizar la separación.

1 Un aparato para ensayo dinámico se emplea para  
ensayar diversos adsorbentes con una mezcla de alimentación  
particular y material desorbente particular para medir las  
características adsorbentes de capacidad de adsorción,  
5 selectividad y velocidad de intercambio. Dicho aparato  
puede consistir en una cámara adsorbente con un volumen  
de aproximadamente  $70 \text{ cm}^3$  que tenga entrada y salida en  
extremos opuestos, equipos de control de temperatura y  
presión para asegurar una presión previamente determinada,  
10 constante, un equipo analítico tal como refractómetros,  
polarímetros y cromatógrafos para determinar cuantitativa  
o cualitativamente uno o más componentes en la corriente  
efluente o saliente que abandona la cámara. Un ensayo de  
impulsos que utiliza este aparato determinará selectivida-  
15 des y otros datos para diversos sistemas adsorbentes. El  
adsorbente es cargado hasta equilibrio con un material de-  
sorbente particular. En un momento conveniente, un impul-  
so de alimentación que contiene concentraciones conocidas  
de un elemento trazador y de una cetosa o aldosa particu-  
20 lar o de ambas, todos ellos diluidos en desorbente, es  
inyectado por una duración de varios minutos. Se reanuda  
la circulación de desorbente, y el trazador y la cetosa y  
la aldosa son eluidos como en una operación de cromatogra-  
fía líquido-sólido. El efluente es analizado para deter-  
25 minar trazas de las envolventes de los correspondientes  
picos de componentes que se desarrollan.

A partir de la información derivada del ensa-  
yo, se puede evaluar el rendimiento de adsorbente en tér-  
minos de volumen de huecos, índice de capacidad para un  
30 componente de extracto, selectividad para un componente

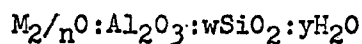
1 con respecto al otro, y la velocidad de desorción de un  
componente de extracto por el desorbente. El índice de  
capacidad de un componente de extracto puede ser caracte-  
5 rizado por la distancia entre el centro de la envolvente  
de picos del componente de extracto y la envolvente de pi-  
cos del componente trazador o de algún otro punto de re-  
ferencia conocido. Es expresado en términos del volumen  
en centímetros cúbicos de desorbente bombeado durante es-  
te intervalo de tiempo representado por la distancia en-  
10 tre las envolventes de picos. La selectividad, (B),  
para un componente de extracto con respecto a un compo-  
nente de producto refinado pueden ser caracterizadas por  
la relación de la distancia entre el centro de la envol-  
vente de picos de componente de extracto y la envolvente  
15 de picos de trazador (u otro punto de referencia) a la co-  
rrespondiente distancia entre el centro de la envolvente  
de picos de componente de producto refinado y la envolven-  
te de picos de trazador. La velocidad de intercambio de  
un componente de extracto con el desorbente puede ser ca-  
20 racterizada generalmente por la anchura de las envolventes  
de picos con mitad de intensidad. Cuanto más estrecha sea  
la anchura de picos más rápida será la velocidad de desor-  
ción. La velocidad de desorción puede ser caracterizada  
también por la distancia entre el centro de la envolvente  
25 de picos de trazador y la desaparición de un componente  
de extracto que acaba de haber sido desorbiado. Esta dis-  
tancia es nuevamente el volumen de desorbente bombeado  
durante este intervalo de tiempo.

30 Sistemas adsorbentes pueden también ser eva-  
luados por ensayo real en un dispositivo de puesta en con-

1 tacto continua líquido-sólido en contracorriente, tal como se describe en las patentes de los Estados Unidos  
2.985.589 y 3.706.812. Detalles adicionales acerca de  
5 técnicas de evaluación de adsorbente pueden encontrarse en la publicación "Separation of C<sub>8</sub> Aromatics by Adsorption" de A. J. deRosset, R. W. Neuzil, D. J. Korous y D. H. Rosback presentada en la American Chemical Society, Los Angeles, California, 28 de Marzo hasta 2 de Abril de 1.971.

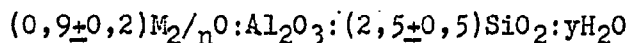
10 Los adsorbentes a utilizar en el procedimiento de este invento incluyen estructuras de jaula de alúmino-silicatos cristalinos en que los tetraedros de alúmina y sílice están conectados íntimamente en un retículo tri-dimensional abierto. Los aluminosilicatos cristalinos son  
15 citados con frecuencia como "tamices moleculares" particularmente cuando la separación que ellos realizan depende esencialmente de diferencias entre los tamaños de las moléculas de alimentación. En el procedimiento de este invento, no obstante, el término "tamices moleculares" no  
20 es estrictamente apropiado ya que la separación de una cetosa con respecto de una aldosa es dependiente aparentemente de diferencias de atracción electroquímica entre una cetosa y el adsorbente, por un lado, y entre una aldosa y el desorbente, por el otro lado, en lugar de ser dependientes de diferencias de tamaños físicos en las moléculas.  
25

En forma hidratada, los aluminosilicatos cristalinos abarcan generalmente las zeolitas representadas por la Fórmula I siguiente:

Fórmula 1

en que "M" es un catión que equilibra la electrovalencia de los tetraedros centrados en aluminio y que es denominado generalmente como un lugar catiónico intercambiable, "n" representa la valencia del catión, "w" representa los moles de SiO<sub>2</sub>, e "y" representa los moles de agua. El catión "M" generalizado puede ser monovalente, divalente o trivalente, o mezclas de tales.

La zeolita X en la forma hidratada o parcialmente hidratada puede ser representada en términos de moles de óxidos tal como se muestra en la Fórmula siguiente.

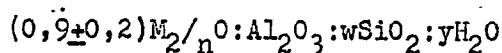
Fórmula 2.

en que "M" representa al menos un catión que tiene una valencia no mayor de 3, "n" representa la valencia de "M", e "y" es un valor de hasta alrededor de 9 dependiendo de la identidad de "M" y del grado de hidratación del cristal. Tal como se observa a partir de la Fórmula 2 la relación molar de SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de la zeolita X es de 2,5 ± 0,5. El catión "M" puede ser uno o varios de un cierto número de cationes, tales como un catión de hidrógeno, un catión de metal alcalino o un catión de metal alcalino-térreo u otros cationes seleccionados, y es denominado generalmente como un lugar catiónico intercambiable. Como se prepara inicialmente la zeolita X, el catión "M" es usualmente, de manera predominante, sodio y la zeolita es denominada por

1 lo tanto como zeolita X sódica. Dependiendo de la pureza de los reaccionantes utilizados para preparar la zeolita, deben estar presentes, no obstante, como impurezas otros de los cationes arriba mencionados.

5 La zeolita Y en la forma hidratada o parcialmente hidratada puede ser representada similarmente en términos de moles de óxidos como en la Fórmula 3 siguiente.

Fórmula 3



en que "M" es al menos un catión que tiene una valencia no mayor de 3, "n" representa la valencia de "M", "w" es un valor mayor de aproximadamente 3 hasta de 6, e "y" es un valor hasta de aproximadamente 9 dependiendo de la identidad de "M" y del grado de hidratación del cristal. La relación molar de  $SiO_2/Al_2O_3$  para zeolitas Y puede ser por lo tanto de aproximadamente 3 a aproximadamente 6. El catión "M" puede ser uno o varios de diversos cationes tal como ocurre en el caso de la zeolita X pero, cuando se prepara inicialmente la zeolita Y, el catión "M" es también usualmente, de modo predominante, sodio. Una zeolita Y que contiene predominantemente cationes sodio en los lugares catiónicos intercambiables es citada, por lo tanto, como zeolita Y sódica.

25 Cationes que ocupan lugares catiónicos intercambiables en la zeolita pueden ser reemplazados por otros cationes mediante métodos de intercambio de iones bien conocidos, por ejemplo poniendo en contacto la zeolita, o un material de base que contenga la zeolita, con una solución acuosa de una sal soluble del catión o de los cationes que

30

1 se desean disponer sobre la zeolita. Después de que tiene  
lugar el grado deseado de intercambio los tamices son reti-  
rados de la solución acuosa, lavados y secados hasta un  
5 contenido de agua deseado. Por tales métodos los cationes  
sódicos y cualesquiera cationes no sódicos que puedan estar  
ocupando lugares intercambiables como impurezas en una zeo-  
lita X sódica o Y sódica, pueden ser reemplazados de modo  
parcial o esencialmente completo por otros cationes.

El término "material de base", tal como se  
10 utiliza aquí, se referirá a un material que contenga zeolita  
X ó Y, que puede ser utilizada para preparar los adsor-  
bentes especiales más abajo descritos. La zeolita estará  
presente típicamente en el material de base en cantidades  
que oscilarán desde aproximadamente 75% en peso hasta apro-  
15 ximadamente 98% en peso del material de base, basándose en  
la composición libre de compuestos volátiles. Las composi-  
ciones libres de compuestos volátiles son determinadas ge-  
neralmente después de que el material de base ha sido cal-  
cinado a 900°C, con el fin de eliminar todo el material vo-  
20 látil. El resto del material de base será generalmente un  
material amorfo tal como sílice, alúmina o mezclas de síli-  
ce y alúmina o compuestos, tales como arcillas, el cual ma-  
terial está presente en mezcla íntima con las pequeñas par-  
tículas del material de zeolita. Este material amorfo pue-  
25 de ser un anejo del procedimiento de preparación de zeolita  
X ó Y (por ejemplo, una purificación intencionalmente in-  
completa de cualquiera de las zeolitas durante su prepara-  
ción) o puede ser añadido a zeolita X ó Y relativamente pu-  
ra, pero en cualquier caso su finalidad usual es la de un  
30 aglutinante para ayudar a formar o aglomerar las partículas

1 duras de la zeolita. Normalmente el material de base estará  
en la forma de partículas tales como productos extru-  
merados, tabletas, píldoras, macroesferas o gránulos produci-  
dos triturando cualquiera de los antedichos productos hasta  
5 un margen deseado de tamaños de partículas. El adsorbente que  
ha de utilizarse en el presente procedimiento tendrá prefe-  
riblemente un margen de tamaños de partículas de aproxima-  
damente malla 16-60 y más preferiblemente aproximadamente malla  
30-50 (malla de norma de los Estados Unidos). Ejemplos de ma-  
10 teriales de base apropiados que pueden ser utilizados para  
preparar los adsorbentes empleados en el presente procedimien-  
to son "tamices moleculares 13X" ("Moléculas Sieves 13X") y  
"SK-40", ambos de los cuales son asequibles de la Linde Company,  
Tonawanda, Nueva York. El primer material contiene zeolita X,  
15 mientras que el último material contiene zeolita Y.

Se ha descubierto que zeolitas X e Y,  
que contienen cationes específicos en los lugares cationi-  
cos intercambiables, poseen los requisitos anteriormente  
descritos y por lo tanto son apropiadas para utilizarse en  
20 el procedimiento. Algunas de las zeolitas apropiadas con-  
tienen esencialmente una única especie de catión en los  
lugares cationicos intercambiables mientras que otros son  
intercambiados esencialmente de modo completo con pares de  
cationes seleccionados. Se estima que una zeolita está in-  
25 tercambiada esencialmente de modo completo cuando el con-  
tenido residual de sodio de la zeolita después de inter-  
cambio de iones es menos de aproximadamente 2% en peso  
de  $\text{Na}_2\text{O}$ . Específicamente, se ha encontrado que los ad-  
sorbentes que comprenden una zeolita X que contiene en lu-  
30 gares cationicos intercambiables cationes sodio o catio-

1 nes bario o cationes estroncio, poseen todos ellos selec-  
tividad para una cetosa con respecto a una aldosa. Otros  
adsorbentes que tienen selectividad similar son zeolitas  
5 X que contienen el par de cationes bario y potasio o el  
par de cationes bario y estroncio en lugares catiónicos  
intercambiables. Un adsorbente de zeolita X que contiene  
bario y potasio en los lugares catiónicos intercambiables  
tendrá preferiblemente una relación ponderal de bario a  
10 potasio dentro del margen de aproximadamente 1:1 hasta  
aproximadamente 100:1 y más preferiblemente dentro del  
margen de aproximadamente 1:1 hasta aproximadamente 10:1.  
Un adsorbente de zeolita X que contiene bario y estroncio  
en los lugares catiónicos intercambiables tendrá preferi-  
blemente una relación ponderal de bario a estroncio en-  
15 tro del margen de aproximadamente 1:1 hasta aproxima-  
damente 15:1 y más preferiblemente de aproximadamente 5:1  
hasta aproximadamente 15:1.

20 Por otro lado, se ha encontrado que un adsor-  
bente que comprende una zeolita X, que contiene potasio  
en los lugares catiónicos intercambiables, es apropiado  
para utilizarse en el presente procedimiento en virtud de  
su selectividad para una aldosa con respecto a una ceto-  
sa. Dicho adsorbente puede ser preparado intercambiando  
25 iones de modo esencialmente completo "tamices molecula-  
res 13X" (zeolita X sódica) con cationes potasio (típi-  
camente con una solución de KCl), lavando el material  
intercambiado con agua para eliminar el exceso de solu-  
ción de intercambio de iones y secando el adsorbente a  
30 menos de aproximadamente 10 por cien en peso de pérdidas  
por inflamación (POI) a 900°C.

1           Además, se ha descubierto que adsorbentes que  
comprenden una zeolita Y que contiene en lugares catióni-  
cos intercambiables al menos un catión seleccionado del  
5           grupo que consiste en amonio, sodio, potasio, calcio,  
estroncio, bario y combinaciones de los mismos, son apro-  
piados para utilizarse en el presente procedimiento debi-  
do a su selectividad para una cetosa con respecto a una  
aldosa. Preferiblemente, las zeolitas serán intercambia-  
das esencialmente de modo completo con el catión o catio-  
10           nes seleccionados. Un adsorbente particularmente prefe-  
rido es un material de base que comprende zeolita Y y  
material amorfo que contiene cationes calcio en los luga-  
res catiónicos intercambiables.

15           Hay una carencia sorprendente de predecibi-  
lidad en lo que se refiere a la idoneidad de adsorbentes  
para utilizarse en el presente procedimiento. En efecto,  
muchos adsorbentes que comprenden zeolitas X ó Y y ma-  
terial amorfo no manifiestan selectividad ni para una ce-  
tosa ni para una aldosa, y por lo tanto no son apropiados  
20           para utilizarse en el procedimiento. Por ejemplo, una  
zeolita Y que contiene cationes amonio en lugares catióni-  
cos intercambiables manifiesta selectividad para una  
cetosa con respecto a una aldosa, pero una zeolita Y que  
contiene cationes hidrógeno en los lugares catiónicos in-  
25           tercambiables no manifiesta selectividad ni para una ce-  
tosa ni para una aldosa.

30           Una zeolita X que contiene potasio en los lu-  
gares catiónicos intercambiables resulta ser única entre  
las zeolitas X en cuanto a su aptitud para adsorber se-  
lectivamente una aldosa con respecto a una cetosa. Un

1 adsorbente que comprende una zeolita X o Y intercambiada  
con cesio no manifiesta selectividad ni para una aldosa  
ni para una cetosa. Una zeolita Y intercambiada con po-  
tasio, a diferencia de la zeolita X intercambiada con po-  
5 tasio, manifiesta también selectividad para una cetosa con  
respecto a una aldosa. Adsorbentes que comprenden zeolitas  
X que contienen en lugares catiónicos intercambiables ca-  
tiones bario o estroncio, o bario y estroncio, o bario y  
potasio manifiestan selectividad para una cetosa con res-  
10 pecto a una aldosa, mientras que adsorbentes que comprén-  
den zeolitas X que contienen en lugares catiónicos inter-  
cambiables o bien calcio o bien magnesio, no manifiestan  
selectividad ni para una aldosa ni para una cetosa.

15 Considerando adsorbentes que comprenden zeolitas  
tas Y que contienen en lugares catiónicos intercambiables  
cationes de metales del Grupo IIA de la Tabla Periódica de  
los Elementos, los que contienen calcio, estroncio o bario  
manifiestan todos ellos selectividad para una cetosa con  
respecto a una aldosa pero una zeolita Y que contiene mag-  
20 nesio no manifiesta selectividad ni para una cetosa ni para  
una aldosa. De estos adsorbentes apropiados que compren-  
den zeolitas Y que comprenden cationes calcio, estroncio o  
bario en lugares catiónicos intercambiables, se ha descu-  
bierto que un adsorbente que comprende una zeolita Y que  
25 contiene cationes calcio en tales lugares es muy superior  
a adsorbentes que contienen cationes estroncio o bario en  
los mismos lugares. Las razones por las que algunos adsor-  
bentes son aceptables para utilizarse en el presente pro-  
cedimiento, mientras que otros no lo son, no se comprende  
30 enteramente en el momento actual.

1 El adsorbente puede ser empleado en la forma  
de un lecho fijo compacto y denso que es puesto en con-  
tacto alternativamente con la mezcla de alimentación y con  
materiales desorbentes. En la forma de realización más  
5 simple del invento, el adsorbente es empleado en la forma  
de un único lecho estático en cuyo caso el procedimiento  
es solamente semicontinuo. En otra forma de realización  
puede emplearse un grupo de dos o más lechos estáticos en  
10 contacto de lecho fijo con un sistema apropiado de válvu-  
las de manera que la mezcla de alimentación es hecha pasar  
a través de uno o más lechos adsorbentes mientras que los  
materiales desorbentes pueden ser hechos pasar a través  
de uno o varios de los otros lechos del grupo. La circu-  
lación de mezcla de alimentación y de materiales desorben-  
tes puede ser ascendente o descendente a través del adsor-  
bente. Se puede utilizar cualquiera de los aparatos con-  
15 convencionales empleados para la puesta en contacto flúido-só-  
lido en lecho estático.

20 Sin embargo, los sistemas de circulación en  
contracorriente en lecho móvil o en lecho móvil simulado,  
tienen un rendimiento de separación mucho mayor que los  
sistemas de lecho adsorbente fijo, y por lo tanto son pre-  
feridos. En procedimientos de lecho móvil o de lecho móvil  
simulado, las operaciones de adsorción y desorción tienen  
25 lugar de modo continuo lo cual permite a la vez una produc-  
ción continua de una corriente de extracto y de una co-  
rriente de producto refinado y la utilización continua de  
corrientes de alimentación y de desorbente. Los principios  
y la sucesión de operaciones del sistema de circulación en  
30 contracorriente de lecho móvil simulado se describen en la

1 patente de los Estados Unidos 2.985.589. En tal sistema,  
es el movimiento progresivo de los lugares de acceso de  
líquido múltiples hacia abajo de una cámara adsorbente  
el que simula el movimiento ascendente de adsorbente con-  
5 tenido en la cámara. En cualquier momento dado sólo son  
activas cuatro de las conducciones de acceso; la conduc-  
ción de acceso de corriente de entrada de alimentación,  
la conducción de acceso de corriente de entrada de desor-  
bente, la conducción de acceso de corriente de salida de  
10 producto refinado y la conducción de acceso de corriente  
de salida de extracto. Coincidiendo con este movimiento  
ascendente simulado del adsorbente sólido se encuentra el  
movimiento del líquido que ocupa el volumen de huecos del  
lecho relleno de adsorbente. De manera que se mantenga un  
15 contacto en contracorriente, se puede proporcionar median-  
te una bomba una circulación de líquido en sentido descen-  
dente por la cámara adsorbente. Como un lugar de acceso de  
líquido activo se mueve por un ciclo, es decir, desde la  
parte superior de la cámara hasta la parte inferior, la  
20 bomba para circulación en la cámara se mueve a través de  
diferentes zonas que requieren caudales diferentes. Un  
controlador de caudal programado puede ser dispuesto para  
ajustar y regular estos caudales.

25 Los lugares de acceso de líquido activo divi-  
den eficazmente la cámara de adsorbente en zonas separa-  
das, cada una de las cuales tiene una función diferente.  
En esta forma de realización del presente procedimiento es  
generalmente necesario que estén presentes tres zonas de  
trabajo separadas, con el fin de que tenga lugar el pro-  
30 cedimiento, aunque en algunos casos puede utilizarse una

1 cuarta zona opcional.

La zona de adsorción, zona 1, es definida como el adsorbente situado entre la corriente de entrada de alimentación y la corriente de salida de producto refinado. En esta zona, la materia prima de alimentación entra en contacto con el adsorbente, un componente de extracto es adsorbido y una corriente de producto refinado es retirada. Dado que la circulación general a través de la zona 1 se realiza desde la corriente de alimentación que entra en la zona hasta la corriente de producto refinado, que sale de la zona, la circulación en esta zona se considera que se realiza en una dirección aguas abajo cuando avanza desde la corriente de entrada de alimentación hasta las corrientes de salida de producto refinado.

15 Inmediatamente aguas arriba con respecto a la circulación de fluido en la zona 1 se encuentra la zona de purificación, zona 2. La zona de purificación es definida como el adsorbente entre la corriente de salida de extracto y la corriente de entrada de alimentación. Las  
20 operaciones básicas que tienen lugar en la zona 2 son el desplazamiento, desde el volumen de huecos no selectivos del adsorbente, de cualquier material refinado arrastrado dentro de la zona 2 por el desplazamiento de adsorbente dentro de esta zona y la desorción de cualquier material  
25 refinado adsorbido dentro del volumen de poros selectivo del adsorbente o adsorbido sobre la superficie de las partículas de adsorbente. La purificación se logra haciendo pasar una porción de material de corriente de extracto que abandona la zona 3 dentro de la zona 2 en el límite aguas  
30 arriba de la zona 2, la corriente de salida de extracto,

1 para efectuar el desplazamiento de material refinado. La  
circulación de material en la zona 2 se realiza en una di-  
rección aguas abajo desde la corriente de salida de extrac-  
to hasta la corriente de entrada de alimentación.

5 Inmediatamente aguas arriba de la zona 2 con  
respecto al fluido que circula en la zona 2 se encuentra  
la zona de desorción o zona 3. La zona de desorción es  
definida como el adsorbente entre la corriente de entrada  
de desorbente y la corriente de salida de extracto. La  
10 función de la zona de desorción es la de permitir que un  
material desorbente que entra en esta zona desplace al com-  
ponente de extracto que había sido adsorbido sobre el adsor-  
bente durante un contacto anterior con alimentación en la  
zona 1 en un ciclo anterior de trabajo. La circulación  
15 de fluido en la zona 3 se realiza esencialmente en la misma  
dirección que la de las zonas 1 y 2.

En algunos casos puede utilizarse una zona  
amortiguadora opcional, zona 4. Esta zona, definida como  
20 el adsorbente entre la corriente de salida de producto re-  
finado, y la corriente de entrada de desorbente, si se  
utiliza, está colocada inmediatamente aguas arriba con res-  
pecto a la circulación de fluido en la zona 3. La zona 4  
podría ser utilizada para conservar la cantidad de desor-  
bente utilizada en la operación de desorción ya que una  
25 porción de la corriente de producto refinado que es reti-  
rada de la zona 1 puede ser introducida en la zona 4 para  
desplazar material desorbente presente en esa zona, fuera  
de dicha zona dentro de la zona de desorción. La zona 4  
contendrá adsorbente suficiente para que al material refi-  
30 nado presente en la corriente de producto refinado que

1 sale de la zona 1 y entra en la zona 4 se le pueda impe-  
dir que entre en la zona 3, contaminando de este modo a  
la corriente de extracto retirada de la zona 3. En los  
casos en que la cuarta zona de trabajo no sea utilizada,  
5 la corriente de producto refinado retirada de la zona 1  
e introducida en la zona 3 debe ser vigilada cuidadosamen-  
te con el fin de que la circulación directamente desde la  
zona 1 hasta la zona 3 pueda ser detenida cuando haya pre-  
sente una cantidad apreciable de material refinado en la  
10 corriente de producto refinado que sale de la zona 1 y  
entra en la zona 3, de manera que no esté contaminada la  
corriente de salida de extracto.

Un avance cíclico de las corrientes de entra-  
da y salida a través del lecho fijo de adsorbente puede  
15 lograrse utilizando un sistema distribuidor en que las  
válvulas en el distribuidor sean accionadas de una manera  
sucesiva y secuencial para efectuar el desplazamiento de  
las corrientes de entrada y salida, permitiendo de esta  
manera una circulación de fluido con respecto a adsorbente  
20 sólido de una manera en contracorriente. Otro modo de  
trabajo que puede realizar la circulación en contracorrien-  
te de adsorbente sólido con respecto a fluido implica la  
utilización de una válvula de disco rotatorio en que las  
corrientes de entrada y de salida están conectadas con la  
25 válvula y las conducciones a través de las cuales son he-  
chas avanzar las corrientes de entrada de alimentación,  
de salida de extracto, de entrada de desorbente y de sa-  
lida de producto refinado en la misma dirección a través  
del lecho adsorbente. Tanto la disposición de distribui-  
30 dor como la válvula de disco son conocidas en la técnica.

1 Específicamente, válvulas de disco rotatorias que pueden ser utilizadas en esta operación pueden encontrarse en las patentes de los Estados Unidos 3.040.777 y 3.422.848.

5 Se considera que al menos una porción de la corriente de salida de extracto pasará dentro de unos medios de separación en que al menos una porción del desorbente es retirada para producir un producto de extracto que contenga una concentración reducida de desorbente. Preferiblemente, al menos una porción de la corriente de salida de producto refinado será hecha pasar también, a 10 unos medios de separación en que al menos una porción del desorbente es retirada para producir una corriente de desorbente que puede ser utilizada de nuevo en el procedimiento, y un producto refinado que contenga una concentración reducida de desorbente. Los medios de separación serán típicamente una columna de fraccionamiento.

15 Aunque se pueden utilizar operaciones en fase líquida y en fase vapor en muchos procedimientos de separación por adsorción, se prefiere el trabajo en fase líquida para el presente procedimiento, debido a que son menores los requisitos de temperatura y son mayores los rendimientos de producto de extracto que pueden obtenerse. Condiciones de adsorción incluirán un margen de temperaturas de desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 200°C, prefiriéndose el de aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 100°C, y un margen de presiones de desde aproximadamente la atmosférica hasta aproximadamente 35 atmósferas absolutas, prefiriéndose presiones desde aproximadamente la atmosférica hasta aproximadamente 17,5 atmósferas para asegurar una fase líquida. Las condiciones de 20 25 30

1 desorción incluirán el mismo margen de temperaturas y presiones que se utiliza para condiciones de adsorción.

Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar las relaciones de selectividad únicas en su género, que hacen posible el procedimiento del invento, y no se pretende que restrinjan indebidamente el alcance y el espíritu de las reivindicaciones anejas a la presente memoria.

#### EJEMPLO I

10 Este ejemplo presenta los resultados de volumen de retención y selectividad obtenidos mediante ensayos de impulsos con once adsorbentes, uno que comprende una zeolita A, uno que comprende una zeolita Y, y nueve que comprenden zeolitas X. Mas específicamente, el adsorbente que comprendía la zeolita A era un tamiz molecular Linde 5A (una zeolita A intercambiada con calcio), el adsorbente que comprendía una zeolita Y fue preparado intercambiando de iones esencialmente de modo completo la zeolita Linde SK-40 con potasio, y los adsorbentes que comprendía zeolita X eran porciones de tamices moleculares Linde 13X intercambiados esencialmente de modo completo con los cationes de metales K, Cs, Mg, Ca, Sr, Ba, Ba + K y Ba + Sr. Todos los adsorbentes tenían un margen de tamaños de partículas de aproximadamente malla 20-40 de la norma de los Estados Unidos (Na-X = tamices 13 X no intercambiados).

Los aparatos y métodos generales de ensayo por impulsos han sido descritos con anterioridad. Los adsorbentes fueron ensayados en una columna de serpentín de 70 cm<sup>3</sup> mantenida a 55°C y 4,4 atmósferas de presión absoluta.

1 ta, y utilizando agua pura como el material desorbente.  
La sucesión de operaciones para cada ensayo fue como si-  
gue: material desorbente (agua) fue hecho pasar continua-  
5 mente a través de la columna que contenía el adsorbente  
con una velocidad espacial horaria de líquido (VEHL) no-  
minal de aproximadamente 1,0. En un momento conveniente  
se detuvo la circulación de desorbente, se inyectó en la  
la columna una muestra de 4,7 cm<sup>3</sup> de fructosa al 10% en  
peso en agua a través de un bucle de muestra, y se reinició  
10 la circulación de desorbente. El azúcar saliente fue de-  
tectado por medio de un detector de refractómetro continuo  
y se desarrolló una traza de envolvente de picos. Se hizo  
pasar similarmente otro impulso que contenía 10% en peso de  
glucosa. También se inyectó una solución saturada de ben-  
15 ceno en agua para servir como trazador, a partir de la cual  
se pudo determinar el volumen de huecos del lecho de adsor-  
bente. De esta manera, para cada adsorbente ensayado se  
desarrollaron tres trazas de picos, una para glucosa, una  
para fructosa y una para benceno. El volumen de retención  
20 de glucosa es calculado midiendo la distancia desde el  
momento cero o punto de referencia, hasta el punto central  
del pico para glucosa y restando la distancia que repre-  
senta el volumen de huecos del adsorbente obtenido midien-  
do la distancia desde el mismo punto de referencia al  
25 punto central del pico para benceno. Para algunos adsor-  
bentes tanto los picos para fructosa como para glucosa es-  
taban esencialmente sobre la parte superior de la envolven-  
te de picos de benceno indicando que ambos monosacáridos  
estaban relativamente no adsorbidos por los adsorbentes  
30 particulares en la presencia de agua. La selectividad de

1 un adsorbente para fructosa con respecto a glucosa es el  
cociente obtenido dividiendo el volumen de retención de  
fructosa por el volumen de retención de glucosa. Los  
5 resultados para estos ensayos se muestran en la Tabla nú-  
mero 1 siguiente.

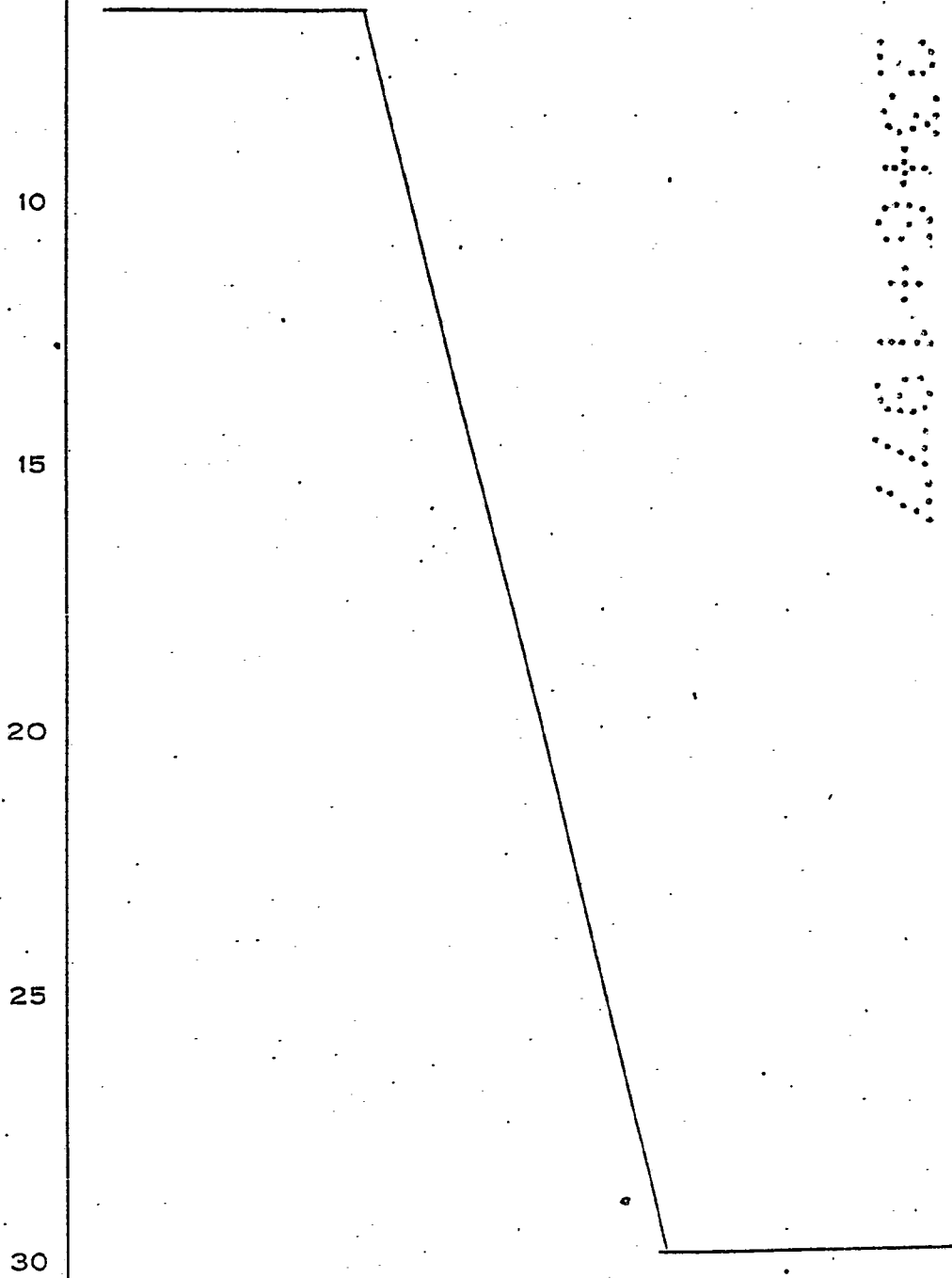


Tabla No 1

Selectividades de diversos adsorbentes para fructosa con respecto a glucosa.

ENSAIO	ADSORBENTE	VOLUMEN DE RETENCION DE FRUCTOSA, cm <sup>3</sup>	VOLUMEN DE RETENCION DE GLUCOSA, cm <sup>3</sup>	SELECTIVIDAD (B)
1	Na-X	7,1	5,0	1,42
2	K-X	11,9	21,6	0,55
3	K-Y	10,8	4,9	2,21
4	Cs-X			
5	Mg-X			
6	Ca-X			
7	Ca-A			
8	Sr-X	8,0	1,3	6,15
9	Ba-X	27,1	9,6	2,82
10	Ba-K-X	16,4	7,5	2,19
11	Ba-Sr-X	21,3	4,2	5,0

Ambos estaban relativamente no adsorbidos

Ambos estaban relativamente no adsorbidos

Ambos estaban relativamente no adsorbidos

Ambos estaban relativamente no adsorbidos

6,15

2,82

2,19

5,0

1                    Los adsorbentes utilizados para los ensayos  
2 hasta 4 eran tres zeolitas X y una zeolita Y, cada una  
3 de las cuales contenía en los lugares catiónicos intercambiables  
4 cationes de metales del Grupo IA de la Tabla Periódica de los  
5 Elementos. El adsorbente K-X utilizado para el ensayo 2 tenía una  
6 "selectividad" de 0,55 (para fructosa con respecto a glucosa), y por lo tanto manifestaba en  
7 realidad selectividad para glucosa con respecto a fructosa.  
8 El adsorbente Na-X utilizado para el ensayo 1 (selectividad de 1,42)  
9 y el adsorbente K-Y utilizado para el ensayo 3 (selectividad de 2,21) manifestaron ambos selectividad  
10 para fructosa con respecto a glucosa, mientras que el adsorbente Cs-X utilizado en el ensayo 4 no  
11 manifestó selectividad relativa para ninguno de ellos.

15                    Los adsorbentes utilizados para los ensayos  
16 5, 6, 8 y 9 eran zeolitas X que contenían en lugares catiónicos intercambiables cationes de metales del Grupo IIA  
17 de la Tabla Periódica de los Elementos, mientras que el adsorbente utilizado para el ensayo 7 era una zeolita A  
18 intercambiada con calcio. Tanto la fructosa como la glucosa estaban relativamente no adsorbidas con los adsorbentes  
19 Mg-X, Ca-X y Ca-A utilizados en la presencia de agua para los ensayos 5, 6 y 7, pero ambos adsorbentes  
20 Sr-X y Ba-X utilizados en los ensayos 8 y 9, respectivamente, manifestaron selectividad para fructosa con respecto  
21 a glucosa. Si bien no se ha establecido definitivamente, se cree que adsorbentes que comprenden zeolitas X que contienen en los lugares catiónicos intercambiables un catión del Grupo IIA se hacen generalmente menos ácidos cuando se mueve hacia abajo desde el Período 3 al Pe-  
22  
23  
24  
25  
26  
27  
28  
29  
30

1 ríodo 6 de la Tabla Periódica de los Elementos al se-  
leccionar el catión del Grupo IIA. Así, adsorbentes que  
comprenden zeolitas X intercambiadas con Ca o con Mg son  
5 inapropiados para utilizarse en el presente procedimiento  
ya que son más ácidos, mientras que adsorbentes que com-  
prenden zeolita X intercambiada con Ba o Sr son apropia-  
dos para utilizarse en el presente procedimiento por ser  
menos ácidos.

10 Los adsorbentes utilizados para los ensayos  
10 y 11 eran zeolitas X que contenían en lugares catióni-  
cos intercambiables los pares de cationes Ba y K, y Ba y  
Sr, respectivamente. El adsorbente Ba-K-X utilizado en  
el ensayo 10 manifestó selectividad para fructosa con  
respecto a glucosa, mientras que el adsorbente K-X uti-  
15 lizado en el ensayo 2 no la manifestó, pero la selecti-  
vidad del adsorbente Ba-K-X no era tan alta como la del  
adsorbente Ba-X utilizado en el ensayo 9. El adsorbente  
Ba-Sr-X utilizado en el ensayo 11 manifestó selectividad  
de fructosa a glucosa menor que la del adsorbente Sr-X  
20 utilizado en el ensayo 8 pero mayor que la del adsorbente  
Ba-X utilizado en el ensayo 9.

#### EJEMPLO II

25 Para asegurar que la fructosa pueda ser se-  
parada de una mezcla real que contenga fructosa y glucosa,  
una solución que contenía 20% en peso de fructosa y 20%  
en peso de glucosa en agua fue ensayada por impulsos so-  
bre un lecho de 440 cm<sup>3</sup> de adsorbente que comprendía zeo-  
lita X intercambiada con bario contenida en una columna  
30 que tenía un diámetro interior de 1,27 cm<sup>3</sup> y una altura

de 2,28 metros. El adsorbente fue el mismo que el utilizado en el ensayo 9 del Ejemplo I anterior, y se emplearon la misma presión y la misma temperatura de trabajo que en el Ejemplo I. Agua como el material desorbente fue hecha pasar primeramente sobre el adsorbente, luego se inyectó el impulso de alimentación, y después se reanudó la circulación de material desorbente. El efluente fue analizado tanto por índice de refracción como por polarimetría, y con esta combinación se efectuaron determinaciones cuantitativas, en lugar de cualitativas, de la fructosa y la glucosa en el efluente. Los mayores tamaños de muestras requeridos para estos análisis fueron la razón de utilizar una columna mayor que la utilizada en el Ejemplo I. Los resultados obtenidos de este ejemplo, juntamente con los del ensayo 9 del ejemplo I (que utilizaba el mismo adsorbente), se muestran en la Tabla 2.

TABLA 2

Comparación de selectividades con adsorbente Ba-X

ENSAYO	VOLUMEN DE RETENCION DE FRUCTOSA, cm <sup>3</sup>	VOLUMEN DE RETENCION DE GLUCOSA, cm <sup>3</sup>	SELECTIVIDAD (B)
--------	---	--	------------------

Ejemplo II	105	35	3,0
------------	-----	----	-----

Ensayo 9 del

Ejemplo I	27,1	9,6	2,82
-----------	------	-----	------

La selectividad obtenida cuando se trataron conjuntamente la fructosa y la glucosa, se considera que es sustancialmente la misma que la obtenida cuando éstas fueron tratadas por separado.

EJEMPLO III

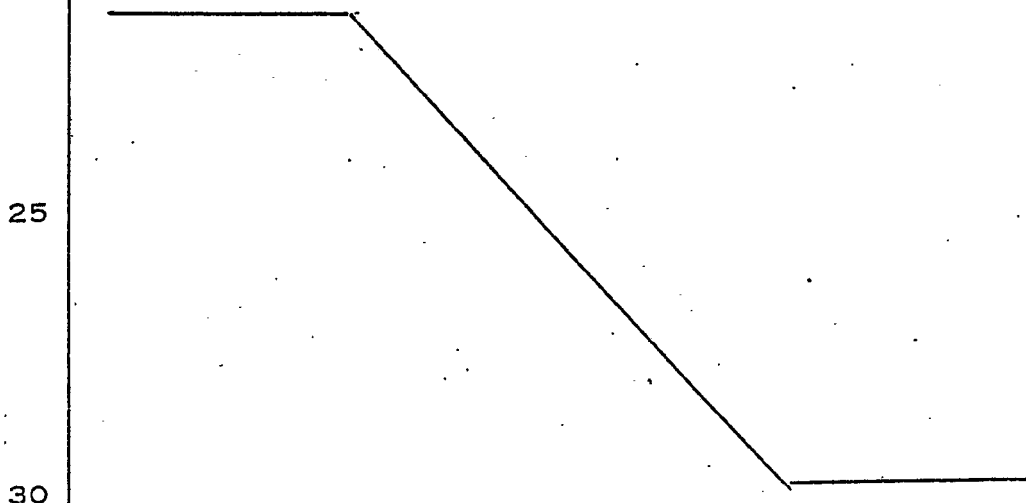
1 Este ejemplo presenta las anchuras de picos y  
de glucosa y fructosa y volúmenes de retención y las se-  
lectividades para fructosa con respecto a glucosa y con  
respecto a agua, que se obtuvieron realizando ensayos por  
5 impulsos con diez adsorbentes diferentes. De los diez ad-  
sorbentes, uno comprendía una zeolita X, y nueve compren-  
dían zeolitas Y. Más específicamente el adsorbente que  
comprendía zeolita X era una porción de tamices molecu-  
lares Linde 13X que habían sido intercambiados de modo  
10 esencialmente completo con cationes Ca y los nueve adsor-  
bentes que comprendía zeolita Y eran nueve porciones de  
Linde SK-40 que habían sido intercambiados de iones esen-  
cialmente de modo completo con hidrógeno, amonio, catio-  
nes Na, K, Cs, Mg, Ca, Sr y Ba. Estos diez adsorbentes  
15 son denominados seguidamente como adsorbentes de zeolita  
NH<sub>4</sub>-Y, H-Y, Na-Y, K-Y, Cs-Y, Mg-Y, Ca-Y, Ca-X, Sr-Y y  
Ba-Y. Todos los adsorbentes tenían un margen de tamaños  
de partículas de aproximadamente malla 20-40 de la norma  
de los Estados Unidos.

20 Los adsorbentes fueron ensayados en una co-  
lumna de serpentín de 70 cm<sup>3</sup> mantenida en las mismas con-  
diciones que en el Ejemplo I, y utilizando el mismo pro-  
cedimiento que en el Ejemplo I, con la excepción de que  
después de que se hizo pasar el impulso que contenía 10%  
25 en peso de glucosa, se inyectó un impulso de óxido de  
deuterio. El óxido de deuterio tiene un índice de re-  
fracción diferente que el que tiene el agua; así, el óxido  
de deuterio se puede detectar con el refractómetro de la  
misma manera que se realiza para los azúcares. Para cada  
30 adsorbente ensayado se desarrollaron cuatro trazas de pi-

1 cos, una para glucosa, una para fructosa, una para óxido  
de deuterio y una para benceno. Los volúmenes de retención  
para glucosa, fructosa y agua, y también para óxido de deu-  
5 terio, fueron obtenidos por el método descrito en el Ejem-  
plo I. Los resultados para estos ensayos por impulsos se  
muestran en la Tabla Nº 3.

El adsorbente de zeolita  $\text{NH}_4\text{-Y}$  utilizado para  
el ensayo 1 manifestó una buena selectividad de 6,5 para  
fructosa con respecto a glucosa y una selectividad acep-  
10 table - aunque algo baja - de 0,71 para fructosa con res-  
pecto a agua. Las selectividades preferidas para un com-  
ponente de extracto con respecto a un material desorbente  
son desde aproximadamente 1,0 a aproximadamente 1,5; de  
manera que un componente de extracto puede desplazar con  
15 facilidad a material desorbente desde el adsorbente en la  
zona de adsorción, al tiempo que todavía permite que un  
componente de extracto sea retirado con cantidades razo-  
nables de material desorbente desde el adsorbente en la zo-  
na de desorción. La zeolita H-Y utilizada para el ensayo  
20 2 no manifestó selectividad ni para fructosa ni para glu-  
cosa en la presencia de agua; ambas fueron eluidas simul-  
táneamente. Tanto el adsorbente de zeolita Na-Y utilizado  
para el ensayo 3 como el adsorbente de zeolita K-Y utili-  
zado para el ensayo 4 manifestaron selectividad para fruc-  
25 tosa con respecto a glucosa, aunque menor que la obtenida  
con el adsorbente  $\text{NH}_4\text{-Y}$ , pero el adsorbente de zeolita  
Cs-Y utilizado para el ensayo 5 no manifestó selectividad  
para ninguna de las dos. Las selectividades para fructosa  
con respecto a agua para los adsorbentes de zeolita Na-Y y  
30 K-Y fueron nuevamente menores de 1,0.

1 Tanto la zeolita Mg-Y utilizada para el ensayo  
6 como el adsorbente Ca-X utilizado para el ensayo 8 no  
manifestaron selectividad ni para glucosa ni para fructo-  
sa, ya que ambos se eluyeron simultáneamente. La zeoli-  
5 ta Sr-Y y la zeolita Ba-Y utilizadas para los ensayos 9 y  
10 respectivamente manifestaron ambas una selectividad  
aceptable para fructosa, pero también manifestaron la má-  
xima selectividad para fructosa con respecto a agua de to-  
dos los adsorbentes ensayados, indicando que se requerirían  
mayores cantidades de material desorbente (agua) para desor-  
ber el componente de extracto de fructosa. El mejor ren-  
dimiento global, medido por el ensayo por impulsos, fue  
obtenido con el adsorbente de zeolita Ca-Y utilizado para  
el ensayo 7. Este adsorbente tenía la mejor selectividad  
15 para fructosa con respecto a glucosa, una selectividad  
ideal para fructosa con respecto a agua, y anchuras de  
picos que indican velocidades de transferencia razonable-  
mente rápidas. Por estas razones, el adsorbente de zeoli-  
ta Ca-Y es el adsorbente preferido para el procedimiento  
20 de este invento.



30 25 20 15 10 5

Tabla Nº 3

Selectividades de diversos adsorbentes para fructosa con respecto a glucosa y agua

ENSAYO	ADSORBENTE	ANCHURA DE PICO CON MITAD DE INTENSIDAD, cm <sup>3</sup>		VOLUMEN DE RETENCION, cm <sup>3</sup>		SELECTIVIDAD (B)	
		Glucosa	Fructosa	Glucosa	Fructosa	Fructosa/ glucosa	Fructosa agua
1	NH <sub>4</sub> -Y	29,0	33,9	1,3	8,4	6,5	0,71
2	H-Y	27,0	29,0	Se eluyeron simultáneamente tanto glucosa como fructosa			
3	Na <sub>2</sub> -Y	27,4	30,2	1,1	4,7	4,3	0,66
4	K-Y	30,0	34,8	2,7	8,0	3,0	0,85
5	Cs-Y	28,6	28,4	Se eluyeron simultáneamente tanto glucosa como fructosa			
6	Mg-Y	27,7	27,7	Se eluyeron simultáneamente tanto glucosa como fructosa			

Tabla N<sup>o</sup> 3 (cont.)

ENSAYO ADSORBENTE	ANCHURA DE PICO CON MITAD DE INTENSIDAD, cm <sup>3</sup>		VOLUMEN DE RETENCION, cm <sup>3</sup>		SELECTIVIDAD (B)	
	Glucosa	Fructosa	Glucosa	Fructosa	Fructosa/ glucosa	Fructosa/ agua
7 Ca-Y	26,7	38,5	1,2	12,2	10,0	1,4
8 Ca-X	--	--				
9 Sr-Y	30,3	40,7	2,9	16,2	5,6	1,9
10 Ba-Y	31,8	42,2	4,6	16,8	3,7	3,1

Se eluyeron simultáneamente tanto glucosa como fructosa

43

AGLONAS

EJEMPLO IV

Este ejemplo ilustra la aptitud del procedimiento del invento para separar una cetosa a partir de una aldosa cuando se trabaja en una forma preferida de realización que utiliza un sistema de circulación en contracorriente, de lecho móvil simulado, continuo. Específicamente el ejemplo presenta resultados de ensayos obtenidos cuando una mezcla sintética de 16,5% en peso de fructosa y 16,5% en peso de glucosa en agua fue tratada utilizando un adsorbente de zeolita X intercambiada con bario con un margen de tamaños de partículas de aproximadamente malla 20-40 de la norma de los Estados Unidos y agua como material desorbente en un aparato de ensayo a escala de instalación experimental (descrito en la patente de los Estados Unidos 3.706.816). Brevemente, el aparato consiste esencialmente en 24 cámaras adsorbentes, cada una de las cuales tiene un volumen de aproximadamente 18,8 cm<sup>3</sup>. Las cámaras adsorbentes individuales están conectadas en serie entre sí con una tubería de conexión de pequeño diámetro y con una válvula de tipo rotatorio con tubería separada. La válvula tiene lumberras de entrada y salida que dirigen la circulación de alimentación y de material desorbente a las cámaras, y extraen y refinan corrientes procedentes de las cámaras. Manipulando la válvula rotatoria y manteniendo diferencias de presión y caudales establecidos a través de las diversas conducciones que entran y salen de la serie de cámaras, se produce una circulación en contracorriente simulada. El adsorbente permanece estacionario mientras que el fluido circula a través de las cámaras conectadas

1 en serie de una manera tal que cuando se le ve desde cual-  
quier posición dentro de las cámaras adsorbentes está en  
una circulación en contracorriente constante. El movi-  
5 miento de la válvula rotatoria se efectúa de una manera  
con desplazamiento periódico para permitir que tenga lugar  
una nueva operación en los lechos adsorbentes situados  
entre las lumbreras de entrada y salida activas de la  
válvula rotatoria. Fijadas a la válvula rotatoria se  
10 encuentran conducciones de entrada y conducciones de sa-  
lida, a través de las cuales circulan flúidos hacia den-  
tro y hacia fuera del procedimiento. La válvula rota-  
toria contiene una conducción de entrada de alimentación  
a través de la cual pasa una mezcla de alimentación que  
15 contiene un componente de extracto y un componente de  
producto refinado, una conducción de salida de corriente  
de extracto a través de la cual pasa material desorbente  
en mezcla con un componente de extracto, una conducción  
de entrada de material desorbente a través de la cual  
20 pasa material desorbente, y una conducción de salida de  
corriente de producto refinado a través de la cual pasa  
un componente de producto refinado en mezcla con material  
desorbente. Adicionalmente, una conducción de entrada  
de material de barrido es utilizada con el fin de barrer  
25 componentes de alimentación desde conducciones que ante-  
riormente habían contenido material de alimentación y que  
subsiguientemente contendrán una corriente de salida de  
producto refinado o de extracto. El material de barrido  
empleado es material desorbente que luego abandona el  
30 aparato como parte de las corrientes de salida de extrac-  
to y de producto refinado. Las corrientes de salida de

1 producto refinado y de extracto fueron recogidas y ana-  
 lizadas en cuanto a concentraciones de fructosa y glucosa  
 mediante análisis por cromatografía, pero no se efectuó  
 ningún intento de eliminar material desorbente desde  
 5 ellas. El rendimiento de fructosa fue determinado cal-  
 culando la cantidad de fructosa "pérdida" en la corriente  
 de producto refinado, determinándose esta cantidad como  
 un porcentaje de la fructosa alimentada a la unidad a lo  
 largo de un período de tiempo conocido y restando es-  
 10 te porcentaje del 100 por cien. La presión de trabajo  
 para los ensayos fue de 10,2 atmósferas manométricas y  
 las temperaturas de trabajo fueron de 50°C y 75°C,  
 respectivamente, para los ensayos 1 y 2. El grado de  
 pureza de fructosa (como un porcentaje del total de azú-  
 15 cares presentes) de la corriente de salida de extracto,  
 y el rendimiento de fructosa, se muestran abajo en la  
 Tabla 4.

TABLA 4

20 ENSAYO	PUREZA DE FRUCTOSA EN LA CORRIENTE DE EXTRACTO, %	RENDIMIENTO DE FRUCTOSA, %
1	80	60
2	80	71

25 Los resultados de los ensayos 1 y 2 antedi-  
 chos no representan necesariamente el valor óptimo que  
 puede lograrse.

Ejemplo V.

30 En este ejemplo se repitió esencialmente el  
 método del Ejemplo IV pero utilizando un adsorbente de

1 zeolita Ca-Y para separar una cetosa de una aldosa. Es-  
 5 pecíficamente, el ejemplo presenta resultados de ensayo  
 obtenidos cuando una solución en agua de jarabe de maíz  
 fue tratada utilizando el adsorbente de zeolita Ca-Y des-  
 crito en el Ejemplo III y utilizando agua desionizada  
 como material desorbente.

La alimentación fue tratada como una solu-  
 ción de azúcar al 50% en agua. El contenido de sólidos  
 de la alimentación fue de 52% de glucosa, 42% de fructo-  
 10 sa y 6% de sacáridos superiores. La temperatura de trá-  
 bajo fue de 60°C. Los grados de pureza de fructosa (como  
 porcentaje del total de azúcares presentes) de la corrien-  
 te de salida de extracto, y los rendimientos de fructosa,  
 se muestran más abajo en la Tabla 5. (La presión utiliza-  
 15 da fue de 10,5 atmósferas manométricas).

TABLA 5

ENSAYO	PUREZA DE FRUCTOSA EN LA CORRIENTE DE EXTRACTO, %	RENDIMIENTO DE FRUCTOSA, %
20 1	97	10
2	94	49
3	92	65
4	87	83
5	84	88
25 6	80	90

A título de ilustración, los análisis de las  
 corrientes de extracto y de producto refinado en un lu-  
 gar en la curva de rendimiento y pureza de fructosa, el  
 punto de rendimiento de fructosa 85%, fueron tal como se  
 30 muestra en la Tabla 6 siguiente.

TABLA 6

Análisis de corriente de extracto y de producto refinado  
en el punto de rendimiento 85%

	CORRIENTE DE EXTRACTO	CORRIENTE DE PRODUCTO REFINADO
5		
	% de fructosa	88,3
	% de glucosa	11,7
	% de sacáridos	
	superiores	Trazas
10	% de azúcares	14,9
		10,7
		79,5
		9,8
		13,3

Nuevamente, los resultados de los ensayos antedichos no representan necesariamente el valor óptimo que puede lograrse.

REIVINDICACIONES

20

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

25

1ª.- Un procedimiento para separar componentes de una mezcla de alimentación que comprende una cetosa y una aldosa, el cual procedimiento comprende poner en con-

30

1 tacto dicha mezcla en condiciones de adsorción con un  
adsorbente que comprende un aluminosilicato cristalino  
seleccionado de: (1) una zeolita X que contiene en luga-  
res catiónicos intercambiables un catión seleccionado del  
5 grupo que consiste en sodio, potasio, bario y estroncio;  
y (2) una zeolita Y que contiene en lugares catiónicos  
intercambiables al menos un catión seleccionado del grupo  
que consiste en amonio, sodio, potasio, calcio, estroncio,  
bario y sus combinaciones, para adsorber selectivamente  
10 de este modo uno de dichos componentes, y después de  
ello poner en contacto el adsorbente que contiene el  
componente adsorbido con un desorbente, y recuperar el  
componente desorbido resultante.

15 2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque se utiliza un adsorbente que com-  
prende una zeolita X que contiene en lugares catiónicos  
intercambiables un catión seleccionado del grupo que  
consiste en sodio, bario y estroncio, para adsorber se-  
lectivamente de este modo la cetosa, y después de ello  
20 recuperar dicha cetosa.

25 3ª.- El procedimiento de la reivindicación  
1ª, caracterizado porque se utiliza un adsorbente que  
comprende una zeolita Y que contiene en lugares catión-  
icos intercambiables al menos un catión seleccionado  
del grupo que consiste en amonio, sodio, potasio, cal-  
cio, estroncio, bario y sus combinaciones, para adsorber  
selectivamente de este modo dicha cetosa, y después de  
ello recuperar dicha cetosa.

30 4ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque se utiliza un adsorbente que comprende

1 una zeolita X que contiene en lugares catiónicos intercam-  
biables un par de cationes seleccionado del grupo que con-  
siste en bario y potasio, y en bario y estroncio, para ad-  
sorber selectivamente de este modo la cetosa, y después de  
5 ello recuperar dicha cetosa.

5<sup>a</sup>.- El procedimiento de la reivin-  
dicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque se utiliza un adsorben-  
te que comprende una zeolita X que contiene cationes po-  
tasio en lugares catiónicos intercambiables, para adsor-  
10 ber selectivamente de este modo la aldosa, y después de  
ello recuperar dicha aldosa.

6<sup>a</sup>.- El procedimiento de una cual-  
quiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 5<sup>a</sup>, caracterizado  
además porque dichas condiciones de adsorción incluyen una  
15 temperatura dentro del margen de desde aproximadamente  
20°C hasta aproximadamente 200°C, y una presión dentro  
del margen de desde aproximadamente la atmosférica hasta  
aproximadamente 35 atmósferas absolutas.

7<sup>a</sup>.- El procedimiento de una cual-  
20 quiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>, caracterizado ade-  
más porque la adsorción y la desorción se efectúan en la  
fase líquida.

8<sup>a</sup>.- El procedimiento de una cual-  
quiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 7<sup>a</sup>, caracterizado  
25 además porque el componente adsorbido es recuperado del  
adsorbente por desorción con agua.

9<sup>a</sup>.- El procedimiento de cualquiera  
de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 8<sup>a</sup>, caracterizado además por-  
que la cetosa y la aldosa son hexosas.

10<sup>a</sup>.- El procedimiento de la reivin-

1        dicación 9ª, caracterizado además porque la cetosa es fructosa y la aldosa es glucosa.

5        11ª.- El procedimiento de la reivindicación 9ª, caracterizado además porque la cetosa es fructosa y la aldosa es dextrosa.

12ª.- El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 11ª, caracterizado porque la mezcla de alimentación comprende una solución acuosa que contiene una cetosa y una aldosa.

10        13ª.- El procedimiento de la reivindicación 12ª, caracterizado porque la mezcla de alimentación comprende una solución de azúcar invertido.

15        14ª.- El procedimiento de la reivindicación 12ª, caracterizado porque la mezcla de alimentación comprende un jarabe de maíz con alto contenido de fructosa.

20        15ª.- El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 12ª a 14ª, caracterizado porque los componentes de cetosa y aldosa están presentes en la mezcla de alimentación en concentraciones del margen de aproximadamente 0,5 % en peso a aproximadamente 30% en peso.

25        16ª.- El procedimiento de la reivindicación 15ª, caracterizado porque los componentes de cetosa y aldosa están presentes en la mezcla de alimentación en concentraciones dentro del margen de aproximadamente 1% en peso a aproximadamente 15% en peso.

30        17ª.- El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 16ª, caracterizado porque el tamaño de partículas de adsorbente está dentro del margen de malla aproximadamente 16 a malla aproximadamente

1 60, preferiblemente aproximadamente 30 a aproximadamente 50  
(malla de la norma de los Estados Unidos).

5 18ª.- El procedimiento de cualquiera de las reivin-  
dicaciones 1ª a 17ª, caracterizado porque el adsorbente ha si-  
do preparado mediante tratamiento por intercambio de iones de  
un material de base que comprende desde aproximadamente 75%  
en peso a aproximadamente 98% en peso de zeolita (libre de  
compuestos volátiles).

10 19ª.- El procedimiento de una cualquiera de las  
reivindicaciones 1ª a 18ª, caracterizado porque el adsorbente  
posee un contenido residual de sodio menor de 2% en peso  
de Na<sub>2</sub>O.

15 20ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, ca-  
racterizado por las operaciones de: (a) mantener una circu-  
lación neta de fluido en una única dirección a través de una  
columna del adsorbente, la cual columna contiene al menos tres  
zonas interconectadas en serie, teniendo cada una, una función  
de trabajo separada que se desarrolla en ella, estando conec-  
tadas las zonas terminales de dicha columna para proporcionar  
20 una circulación cíclica continua a través de dichas zonas:  
(b) mantener en dicha columna una zona de adsorción que com-  
prende el adsorbente situado entre una corriente de entrada  
de alimentación como límite aguas arriba de dicha zona y una  
corriente de salida de producto refinado como límite aguas aba-  
25 jo de dicha zona; (c) mantener una zona de purificación inme-  
diatamente aguas arriba de dicha zona de adsorción y situada  
entre una corriente de salida de extracto como límite aguas  
arriba de la misma y dicha corriente de entrada de alimenta-  
ción como límite de aguas abajo de la misma; (d) mantener una zo-  
30 na de desorción inmediatamente aguas arriba de dicha zona de

1 purificación y situada entre una corriente de entrada de  
desorbente como límite aguas arriba de la misma y dicha  
corriente de salida de extracto como límite aguas abajo de  
la misma; (e) hacer pasar la mezcla de alimentación den-  
5 tro de dicha zona de adsorción y adsorber selectivamente  
en ella uno de los componentes, y retirar de dicha zona de  
adsorción una corriente de salida de producto refinado  
que comprende el otro componente; (f) hacer pasar el de-  
sorbente dentro de dicha zona de desorción y desplazar des-  
10 de el adsorbente en la misma uno de los componentes que ha-  
bía sido adsorbido selectivamente sobre ella en un ciclo  
anterior; (g) retirar de dicha zona de desorción una corrien-  
te de salida de extracto que comprende desorbente y el com-  
ponente adsorbido selectivamente; (h) hacer pasar al menos  
15 una porción de dicha corriente de salida de extracto a unos  
medios de separación y separar en ella al menos una porción  
de dicho material desorbente y producir una corriente de  
producto que comprende el componente adsorbido selectiva-  
mente; (i) hacer avanzar periódicamente a través de dicha  
20 columna de adsorbente en una dirección aguas abajo con res-  
pecto a la circulación de fluido en dicha zona de adsorción  
la corriente de entrada de alimentación, la corriente de  
salida de producto refinado, la corriente de entrada de  
desorbente y la corriente de salida de extracto, para  
25 efectuar el desplazamiento de zonas a través de dicho adsor-  
bente y la producción de corrientes de salida de extracto y  
de salida de producto refinado.

21ª.- El procedimiento de la reivindicación  
20ª, caracterizado además porque incluye la operación de  
hacer pasar al menos una porción de la corriente de salida

1 de producto refinado a unos medios de separación y separar  
en ella al menos una porción del desorbente para producir  
un producto refinado que tiene una concentración reducida  
de desorbente.

5 22ª.- El procedimiento de la reivindicación  
20ª, caracterizado además porque incluye la operación de  
mantener una zona tampón inmediatamente aguas arriba de  
dicha zona de desorción y situada entre la corriente de  
10 entrada de desorbente como límite aguas abajo de la misma  
y la corriente de salida de producto refinado como límite  
aguas arriba de la misma.

23ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR COMPO-  
NENTES DE UNA MEZCLA DE ALIMENTACION QUE COMPRENDE UNA  
15 CETOSA Y UNA ALDOSA.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cincuenta y cuatro  
hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 JUN 1977

P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder,

20

25

30