



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 316 482**

51 Int. Cl.:  
**G01N 33/06** (2006.01)  
**G01N 1/34** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01974538 .9**  
96 Fecha de presentación : **15.10.2001**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1342083**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.09.2003**

54 Título: **Recipiente de filtración.**

30 Prioridad: **16.10.2000 GB 0025315**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.04.2009**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.04.2009**

73 Titular/es: **FOSS Analytical AB.**  
**Box 70**  
**263 21 Höganäs, SE**

72 Inventor/es: **Kitcherside, Michael, Arthur y**  
**Kitcherside, Margaret, Joan**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 316 482 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).

# ES 2 316 482 T3

## DESCRIPCIÓN

Recipiente de filtración.

5 La presente invención se relaciona con un recipiente de filtración y un método para probar el contenido graso de un artículo.

10 Hay muchas situaciones donde es deseable realizar un análisis de la composición de un material y los procedimientos de prueba para determinar la composición de un material pueden requerir varios pasos de procesamiento donde el reactivo usado en un paso debe ser completamente eliminado del recipiente antes de avanzar al siguiente paso de la prueba. Por ejemplo, se puede desear encontrar el contenido graso total (también conocido como contenido de aceite "B") de un producto alimenticio. Una técnica de laboratorio establecida y convencional (ISO 6492:1999) para hacer esto es colocar un peso conocido de un alimento o producto alimenticio en un dedal de celulosa. El alimento o producto alimenticio puede tratarse entonces con un solvente bajo condiciones de reflujo para poder eliminar la grasa libre que contiene y recogerlo en un receptáculo previamente secado y pesado.

15 El siguiente paso en el proceso es liberar la grasa ligada del material. Esto se logra a través de un proceso en el cual el material tratado con solvente se transfiere en forma cuantitativa a un envase y luego se hierve suavemente con un ácido con una concentración conocida durante 60 minutos bajo condiciones de reflujo, se enfría a temperatura ambiente, se agrega un filtrante y se mezcla.

20 Los contenidos del envase se transfieren cuantitativamente y se filtran usando papeles de filtro doblemente humectados con una porosidad predeterminada y se lavan con agua destilada hasta que se haya eliminado todo el ácido. El sobrante se seca en un horno por 4 horas, se retira del horno, se deja enfriar y se vuelve a colocar en el dedal cuantitativamente.

25 El siguiente paso en el proceso es eliminar la grasa libre del sobrante y esto se realiza sometiendo el sobrante en el dedal a un segundo tratamiento con solvente bajo condiciones de reflujo por un período de 5 horas y recogiendo la grasa en un recipiente previamente secado y pesado.

30 El solvente se retira del receptáculo por evaporación y la grasa queda en dicho receptáculo.

35 El receptáculo que contiene la grasa se seca y pesa para poder determinar el peso total de la grasa eliminada mediante los dos tratamientos con solvente bajo condiciones de reflujo.

40 El proceso antes descrito requiere mucho trabajo y tiempo, lo que permite que se realice sólo una prueba por envase. Traspasar el sobrante del dedal al envase por hidrólisis puede ocasionar que se deje parte del sobrante. Durante el traspaso del sobrante hidrolizado durante el proceso de filtración, parte de la grasa puede no traspasarse. La grasa también puede no traspasarse y quedar en el recipiente de reflujo, produciéndose una pérdida de los elementos constitutivos deseados.

Como técnica previa, también cabe mencionar WO99/02959.

45 Conforme a un primer aspecto de la presente invención, ésta comprende un recipiente de filtración que consta de un cuerpo que incluye un filtro poroso con propiedades hidrófilas y oleofóbicas según se define en la reivindicación 1, donde el recipiente tiene, por ejemplo, la capacidad de retener grasa en un paso de hidrólisis y liberarla durante un paso de extracción con solvente.

50 El recipiente de filtración puede tener una tapa para el cuerpo del recipiente, la cual puede engancharse mecánicamente al cuerpo del recipiente para asegurar que dicha tapa cierre el cuerpo del recipiente en un extremo, por ejemplo, fijándose en un ajuste sin holgura con el cuerpo del recipiente.

55 La tapa también puede ofrecer un segundo filtro para el recipiente, por ejemplo, teniendo forma de cúpula para aumentar la superficie del filtro secundario.

El filtro poroso puede ser deslizable en el cuerpo del recipiente y expansible y/o giratorio.

El cuerpo del recipiente puede ser rígido.

60 El cuerpo del recipiente puede ser principalmente cilíndrico.

El cuerpo del recipiente puede contener un polímero (como polipropileno o politetrafluoretileno (PTFE)) o vidrio.

El filtro poroso puede contener un polímero, por ejemplo, poliéster.

65 La tapa puede tener fibra de vidrio o celulosa o un polímero poroso o material sintetizado para ofrecer dicho filtro secundario.

## ES 2 316 482 T3

Según un segundo aspecto de la presente invención, existe un método para probar el contenido graso de un artículo según se define en las reivindicaciones 14 y 15.

5 Por lo tanto, es posible ofrecer un recipiente que permita retirar grasas antes de la hidrólisis (opcional) y después de la hidrólisis sin ninguna pérdida de grasa. Datos comparativos entre el método convencional (ISO 6492:1999) y un método conforme a la invención indican que cuando se utiliza este último, el paso inicial de extracción con solvente es innecesario, lo que ahorra una cantidad considerable de tiempo.

10 De preferencia, el recipiente tiene un cierre, como por ejemplo una tapa, que permite colocar la muestra en el recipiente y sellarlo antes del análisis. La tapa puede fijarse al recipiente en un ajuste sin holgura. Como alternativa, la tapa puede ajustarse al recipiente, por ejemplo, mediante partes roscadas o algún otro mecanismo de ajuste mecánico.

15 Favorablemente, una superficie de la tapa desmontable tiene una membrana adecuada para ofrecer una membrana externa de filtración usada durante los procesos de reflujo con solventes.

Los inventores encontraron que ciertos materiales tales como las fibras de vidrio o celulosa o material sinterizado son adecuados para la membrana externa de filtración de la tapa debido a su resistencia química y térmica.

20 Preferentemente, el recipiente es rígido y está construido con un material capaz de resistir altas temperaturas y con alta resistencia química. Como ventaja, el cuerpo del recipiente también debe tener propiedades antiadherentes y los inventores descubrieron que un polímero (como el polipropileno o PTFE) o vidrio es adecuado para esta aplicación.

25 La membrana interna de filtración debe poder colocarse nuevamente tras la hidrólisis, lo que permite la rápida eliminación del agua y de la condensación durante el secado. Debe tener propiedades hidrófilas y oleofóbicas para permitir el traspaso rápido de ácido y agua durante un proceso de hidrólisis pero retener las grasas hidrolizadas dentro del recipiente durante los procedimientos de vaciado y lavado después de la hidrólisis. Tras el secado, el filtro debe poder girarse a una posición vertical antes de la extracción final con solvente, para una extracción más rápida. Los inventores encontraron que una construcción espiral con poliéster mejora la naturaleza hidrófila de la membrana interna de filtración y también permite que la superficie de la membrana aumente considerablemente tras la hidrólisis con ácido, lo que aumenta sus propiedades hidrófilas y la velocidad de secado del sobrante y la membrana antes de la extracción final con solvente.

35 También se descubrió que la rotación de la membrana interna antes de la extracción final con solvente mejora la eficiencia de la extracción de grasas totales.

40 La membrana externa removible de filtración, que como se indica más arriba, presenta la ventaja de formar parte de una tapa, que inicialmente se utiliza para colocar la muestra a ser sometida a prueba, debe poder permitir solamente el paso de grasas solubilizadas dentro del solvente (por ejemplo éter de petróleo) a través de ella.

A continuación se describirá la presente invención a través de un ejemplo, con referencia a los dibujos anexados a la presente, en los cuales:

45 En la figura 1 se muestra una vista en perspectiva de un recipiente conforme a una realización de la presente invención; y

En la figura 2 se muestra una vista seccional longitudinal del recipiente.

50 Un recipiente 1, que aparece en las figuras 1 y 2, consta de un cuerpo 2 de recipiente cilíndrico rígido compuesto de vidrio o un polímero como polipropileno. El cuerpo del recipiente 2 tiene una tapa 3 con una cúpula de celulosa porosa que se ajusta con el cuerpo del recipiente 2, lo que permite que sólo los componentes solubles la atraviesen. La forma de cúpula está diseñada para aumentar la superficie de filtración, lo que aumenta la efectividad de la extracción con solvente.

55 La tapa 3 tiene un doble propósito: en primer lugar, tiene el objetivo de contener el material a ser sometido a prueba dentro del recipiente 1 antes del análisis y en segundo lugar, separar los componentes solubles de los componentes insolubles durante la extracción con solvente.

60 El cuerpo del recipiente 2 tiene un filtro poroso 4, cuyo diseño preferente es el de un filtro de poliéster enrollado en espiral, expansible, deslizante y giratorio (que actúa como membrana de filtración) con propiedades hidrófilas y oleofóbicas, lo que mejora no sólo el proceso de secado tras la hidrólisis sino también la extracción final con solvente. Dentro del cuerpo del recipiente 2 hay un reborde interno 5 que actúa como tope cuando el filtro 4 se mueve hacia la tapa 3 (ver abajo).

65 Al usar el recipiente, se introduce una muestra (no aparece en la figura) dentro del cuerpo del recipiente 2. La tapa 3 se fija al recipiente 1, quedando la muestra atrapada dentro de éste y el recipiente se pesa nuevamente para obtener el peso de la muestra.

## ES 2 316 482 T3

Si la muestra es un alimento o producto alimenticio y se desea determinar las grasas totales que contiene, se coloca un peso del producto alimenticio dentro del recipiente 1. La muestra entonces es sometida a un proceso de hidrólisis, lo que libera la grasa ligada, en ausencia de la tapa 3.

5 Tras completar esta etapa, la fase soluble en agua se separa por filtración, retirándola del cuerpo del recipiente 2 pero dejando las grasas, aceites y ceras y material no hidrolizado, los cuales permanecen dentro del cuerpo del recipiente 2. La naturaleza porosa del filtro 4 retiene las grasas, aceites y ceras hidrolizadas y el material hidrolizado dentro del cuerpo del recipiente 2.

10 Tras finalizar el paso de hidrólisis, por ejemplo, mediante el hervido en ácido, el cuerpo del recipiente 2 puede enjuagarse con agua destilada hasta que el material dentro del cuerpo del recipiente 2 esté libre de ácidos. Antes de la extracción con solvente, es necesario eliminar el agua de la muestra hidrolizada y el filtro 4, y esto se realiza deslizando y expandiendo el filtro 4 hasta su posición superior contra el reborde 5 utilizando una herramienta provista. Los inventores descubrieron que este proceso acelera el procedimiento de secado al aumentar la superficie de la muestra y el filtro 4 y reduce la condensación. Con este fin, el fondo del cuerpo del recipiente 2 puede abrirse tal como se muestra o puede tener la forma apropiada para recibir una herramienta adecuada.

15 A continuación, el cuerpo del recipiente 2 y su contenido pueden secarse en un horno, por ejemplo, un horno de microondas, antes de la etapa final de extracción con solvente.

20 Antes de la extracción final con solvente, el filtro 4 se gira hasta una posición vertical, lo que aumenta la eficiencia de la extracción con solvente, y se coloca la tapa 3 donde corresponde sobre el cuerpo del recipiente 2.

25 Las grasas, aceites y ceras (la grasa cruda (o total)) de la muestra se extraen del material hidrolizado al someter el recipiente y su contenido a extracción con solvente, siendo las grasas, aceites y ceras solubilizadas y recogidas en un receptáculo previamente secado y pesado que finalmente se seca y vuelve a pesar. El aumento de peso del receptáculo representa el peso total de las grasas, aceites y ceras que contenía el material y se conocen como aceite "B" dentro de la técnica.

30 La tabla 1 muestra varios valores de aceite "B" determinados en diferentes materiales. Cada material fue sometido a prueba usando el método de la técnica anterior convencional y un método conforme a la invención, con el recipiente antes descrito. Los resultados de la técnica previa para determinar el aceite "B" y el método que utiliza la invención se presentan en columnas, la columna de la izquierda contiene en cada caso resultados experimentales y la columna de la derecha contiene los promedios.

35

TABLA 1

40

<b>TODOS LOS DATOS SE EXPRESAN EN g/100gr</b>		
<b>MATERIAL</b>	<b>TÉCNICA ANTERIOR</b>	<b>LA INVENCION</b>
<b>SUERO</b>	0,81	0,81
	0,89 (0,85)	0,87 (0,84)
<b>AVENA</b>	8,84	8,58
	9,21 (9,03)	8,42 (8,50)
<b>CHOCOLATE EN POLVO</b>	12,60	12,77
	12,92 (12,76)	12,84 (12,81)
<b>YOGUR EN POLVO</b>	10,00	10,34
	9,91 (9,96)	10,23 (10,29)
<b>LECHE EN POLVO</b>	25,27	25,69
	25,88 (25,58)	25, 86 (25,78)
<b>SEBO</b>	78,43	79,68
	79,88 (79,16)	79,75 (79,72)

65

TABLA 1 (continuación)

<b>TODOS LOS DATOS SE EXPRESAN EN g/100gr</b>		
<b>MATERIAL</b>	<b>TÉCNICA ANTERIOR</b>	<b>LA INVENCIÓN</b>
LECHE DESCREMADA	0,79 0,69 (0,74)	0,99 0,74 (0,87)
GRASA DE SOJA COMPLETA	20,32 20,39 (20,36)	20,11 20,19 (20,15)
HARINA DE PESCADO	12,11 12,16 (12,14)	11,42 11,64 (11,53)
TRIGO	2,22 2,21 (2,22)	2,18 2,06 (2,12)
HARINA DE SUBPRODUCTOS DE PANIFICACIÓN	14,83 14,86 (14,85)	15,18 15,09 (15,14)
SÉMOLA	1,58 1,49 (1,54)	1,56 1,5 (1,56)
MAÍZ	4,73 4,98 (4,86)	4,98 4,99 (4,99)
HIERBAS	1,11 1,25 (1,18)	1,42 1,31 (1,37)

Como se puede apreciar del método de la técnica anterior convencional, la leche en polvo dio un valor promedio de 25,58 gr cada 100 gr de muestra con un rango de 0,43. El uso de la presente invención dio un valor promedio de 25,78 con un rango de 0,12. En general, el uso de la invención produjo una mayor concordancia entre las repeticiones que el método convencional de la técnica anterior.

Por lo tanto, se puede ofrecer un recipiente de filtración para uso analítico que funciona como recipiente y elemento de filtración. Esto permite traspasar materiales para ser eliminados, lo que aumenta la precisión experimental. El uso del recipiente 1 también aumenta la capacidad de un laboratorio de realizar muchas pruebas en forma simultánea.

El recipiente 1 puede, al usarse, sostenerse dentro de una guía o ensamblaje en carrusel, lo que ayuda a colocar y quitar uno o más recipientes dentro y fuera de los vasos de precipitado que contienen los reactivos usados en el análisis.

El recipiente puede utilizarse para realizar una serie de pruebas. A continuación se describe un ejemplo de una prueba del contenido de aceite "B" de un alimento:

1. Para cada prueba, pesar 1,5-2,0 gramos de una muestra en el cuerpo de un recipiente 2 y colocar el recipiente 1 en un carrusel que puede contener varias muestras (por ej. 6).
2. Si se necesita, determinar en forma independiente el contenido de materia seca de cada material usando un método de secado en horno estándar.

## ES 2 316 482 T3

3. Medir 350 ml de ácido clorhídrico (molar 3) y traspasar a un primer vaso de precipitado de extracción.
4. Bajar el carrusel lentamente hasta introducirlo en el vaso de precipitado de solución y humedecer la superficie de cada muestra con ácido usando una pipeta desechable.
5. Colocar el vaso de precipitado sobre una placa precalentada, reemplazar el condensador y llevar a un punto de hervor suave bajo condiciones de reflujo. Este procedimiento se repite para cada serie de pruebas.
6. Una hora después de alcanzado el punto de hervor, quitar el vaso de precipitado de la placa, dejar enfriar a temperatura ambiente y quitar el carrusel del vaso de precipitado y dejar drenar los recipientes 1.
7. Desechar el ácido y los solubles dentro del vaso de precipitado y llenar con agua purificada a temperatura ambiente. Bajar el carrusel y colocarlo dentro del agua, y asegurarse de que todos los recipientes vuelvan a llenarse. Quitar el carrusel y drenar los recipientes y el vaso de precipitado y repetir hasta que los lavados sean neutrales, lo cual puede probarse con papel de prueba de pH.
8. Todos los recipientes drenados se colocan por unos minutos sobre papel tisú para eliminar el exceso de agua.
9. Con la herramienta provista, el filtro interno 4 de cada recipiente 1 se expande y vuelve a colocarse en su límite más alto.
10. Los recipientes que contienen los residuos se secan en horno a un peso constante en un horno de microondas para eliminar el agua.
11. Se coloca una tapa de filtración 3 en cada recipiente 1, se inserta un pequeño tapón de algodón para retener la muestra y cada recipiente se coloca en un ensamblaje de extracción con solvente y se somete a reflujo por un período determinado. Las grasas, aceites y ceras se recogen dentro de un receptáculo previamente secado y pesado.
12. Finalmente, el solvente se elimina de cada receptáculo, se coloca en una guía y se seca en un horno (100° C) a un peso constante y se vuelve a pesar. El aumento de peso se indica como aceite "B".

El contenido de aceite "B" puede calcularse usando la siguiente ecuación:

% de aceite "B" en la materia seca =

$$\frac{\text{Peso del envase + aceite "B" - peso del envase}}{\text{Peso de la muestra x gr materia seca/gr}} \times \frac{100}{1}$$

# ES 2 316 482 T3

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Recipiente de filtración que consta de un cuerpo del recipiente incluyendo un filtro poroso con propiedades hidrófilas y oleofóbicas.
2. Recipiente de filtración según la reivindicación 1, que consta de una tapa para el cuerpo del recipiente.
- 10 3. Recipiente de filtración según la reivindicación 2, donde la tapa se engancha mecánicamente al cuerpo del recipiente para asegurar que dicha tapa cierre el cuerpo del recipiente en un extremo.
4. Recipiente de filtración según la reivindicación 3, donde la tapa se fija en un ajuste sin holgura con el cuerpo del recipiente.
- 15 5. Recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, donde la tapa también ofrece un filtro secundario para el recipiente.
- 20 6. Recipiente de filtración según la reivindicación 5, donde la tapa tiene forma de cúpula para aumentar la superficie del filtro secundario.
7. Recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el filtro poroso es deslizante dentro del cuerpo del recipiente y expansible y/o giratorio.
- 25 8. Recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el cuerpo del recipiente es rígido.
9. Recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el cuerpo del recipiente es principalmente cilíndrico.
- 30 10. Recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el cuerpo del recipiente contiene un polímero o vidrio.
11. Recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el filtro poroso contiene un polímero.
- 35 12. Recipiente de filtración según la reivindicación 11, donde el polímero es un poliéster.
13. Recipiente de filtración según la reivindicación 5, o cualquiera de las reivindicaciones 6 a 12 que son dependientes de la reivindicación 5, donde la tapa consta de fibras de vidrio o celulosa o un polímero poroso o un material sintetizado para ofrecer el filtro secundario.
- 40 14. Método para probar el contenido graso de un artículo que consiste en colocar el artículo dentro de un recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 y realizar los siguientes pasos:
- 45 determinar el peso combinado del recipiente y el artículo, y
- realizar la extracción con solvente de grasa del artículo y volver a pesar el
- recipiente y el resto del artículo para determinar el contenido graso.
- 50
15. Método para probar el contenido graso de un artículo que consiste en colocar el artículo dentro de un recipiente de filtración según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 y luego realizar los siguientes pasos:
- 55 determinar el peso combinado del recipiente y el artículo, y
- realizar la extracción con solvente de grasa del artículo y colocarla en un contenedor colector pesado y secar y volver a pesar el contenedor para determinar el contenido graso del artículo.
- 60
- 65

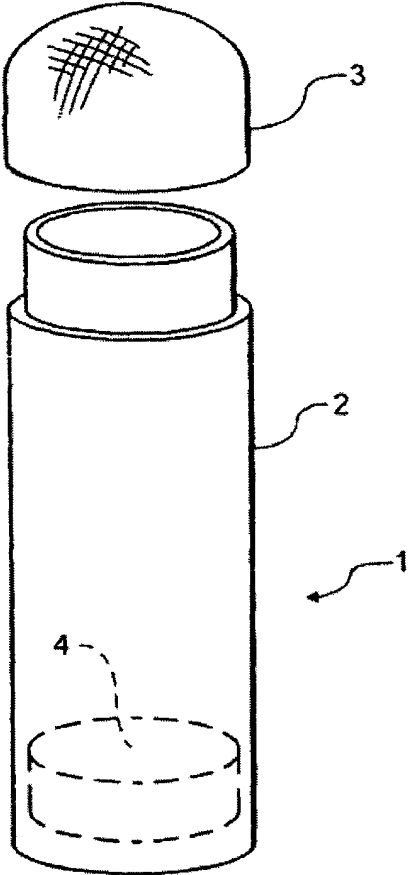


FIG. 1

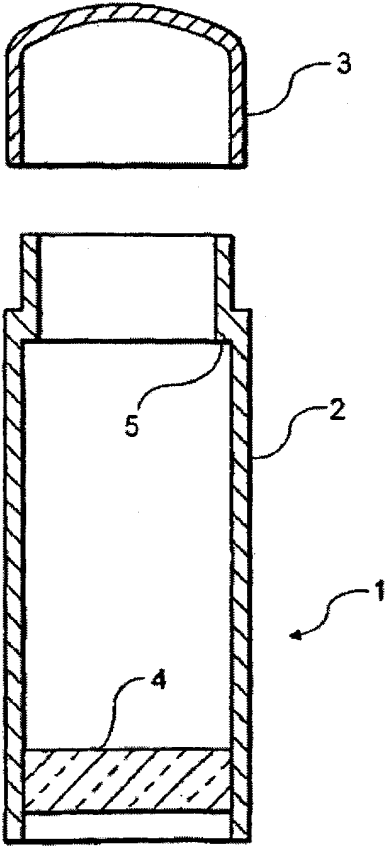


FIG. 2