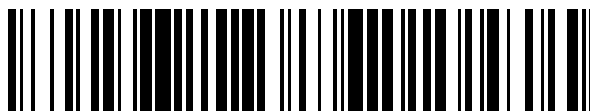


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 419**

51 Int. Cl.:

C11D 7/54 (2006.01)

C11D 7/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02077124 .2**

96 Fecha de presentación: **26.05.1997**

97 Número de publicación de la solicitud: **1260576**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.11.2002**

54 Título: **Utilización de un sistema de limpieza basado en nitróxilo para la limpieza de equipos utilizados durante la producción de alimentos**

30 Prioridad:
29.05.1996 NL 1003225

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
12.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
12.04.2012

73 Titular/es:
**HEINEKEN SUPPLY CHAIN B.V.
2E WETERINGPLANTSOEN 21
1017 ZD AMSTERDAM, NL y
LHS MICROFILTRATIONS B.V.**

72 Inventor/es:
**Mol, Martinus Nicolaas Maria;
Besemer, Arie Cornelis y
Van Hoof, Stephan Cornelus Johannes Maria**

74 Agente/Representante:
Durán Moya, Carlos

ES 2 378 419 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Utilización de un sistema de limpieza basado en nitroxilo para la limpieza de equipos utilizados durante la producción de alimentos.

5 La presente invención se refiere a la limpieza de equipos utilizados durante la producción, procesamiento o tratamiento de alimentos, más particularmente en la filtración de los mismos. Un ejemplo importante de esto es la limpieza de equipos utilizados en la elaboración de cerveza y, más particularmente, la limpieza de filtros, tales como los filtros de membrana utilizados en la filtración de cerveza residual y cerveza reposada. En el contexto de la presente invención, el término "producción" se utiliza para indicar todos los tratamientos realizados a los productos alimenticios, tales como producción, tratamiento, procesamiento y similares.

10 A menudo, en la producción de alimentos tales como leche (o productos lácteos), zumos de fruta, cerveza, refrescos (tal como limonadas), sidra, vino, jerez, oporto, bebidas destiladas y similares, surge el problema de que un determinado equipo se debe limpiar al cabo de cierto tiempo debido a que algunos componentes del material tratado se adsorben o se absorben o precipitan sobre las superficies de dicho equipo, lo que no resulta deseable. De hecho, este fenómeno puede alterar, por un lado, el funcionamiento del equipo en cuestión y, por otro, la calidad del
15 producto final.

El equipo en cuestión es el aparato utilizado en el tratamiento de alimentos, más particularmente líquidos, tal como se ha indicado anteriormente. Más particularmente, se trata de filtros, tales como filtros de membrana utilizados para filtrar los productos anteriores o semimanufacturas de los mismos.

20 Son ejemplos de dichos tratamientos la producción y/o procesamiento de leche y productos lácteos, zumos de fruta, cerveza, refrescos, sidra, vino, jerez, oporto, bebidas destiladas y similares.

25 En el caso de la elaboración de cerveza, la presente invención se refiere, entre otros, a los equipos utilizados en la preparación de malta, la conversión de la misma y/o del grano no malteado en mosto y el procesamiento posterior del mismo, con o sin adición de componentes adicionales, tales como el lúpulo, por fermentación de la cerveza, así como a todos los equipos auxiliares utilizados junto con estos y que entran en contacto con los flujos principales o secundarios de estos procesos.

Un ejemplo de la alteración del funcionamiento del equipo surge con los distintos filtros utilizados, por ejemplo en la filtración de refrescos, leche (productos lácteos), vino, jerez, oporto, bebidas destiladas, zumos de fruta, limonada, cerveza, tal como cerveza reposada o cerveza residual, aunque también en la separación del mosto y el grano
30 utilizado, la separación de los turbios calientes y la separación de los turbios fríos.

La capacidad de los filtros utilizados en dichos procesos, el flujo, disminuye a lo largo del tiempo, lo que por supuesto no resulta deseable. Este hecho tiene importancia particularmente cuando se utilizan filtros de membrana. Esta disminución de la capacidad se puede inhibir parcialmente mediante el enjuague del filtro. Sin embargo, al cabo de cierto tiempo esto no basta, por lo que es necesario limpiar el filtro.

35 Un examen más detenido ha revelado que dichos equipos, y más particularmente los filtros, se contaminan por una combinación de todo tipo de compuestos, de los que polisacáridos, oligosacáridos, proteínas, β -glucanos, grasas y polifenoles son componentes importantes durante la producción.

40 Las técnicas convencionales de limpieza, por ejemplo basadas en una oxidación catalizada o no catalizada, por ejemplo con un peróxido/hipoclorito o hipobromito de complejo metálico (manganeso), no resultan satisfactorias, lo que se desprende del hecho de que el flujo no se puede recuperar hasta su valor original o un valor cercano al mismo. Tampoco conduce a los resultados esperados la utilización de detergentes o enzimas, tales como proteasas, carbohidrasas, amilasas, pululanasa, proteasas y lipasas.

45 Por lo tanto, existe la necesidad de disponer de un sistema de limpieza eficaz para limpiar equipos utilizados en la producción de alimentos líquidos, tal como se ha definido anteriormente, que sea capaz de llevar a cabo una limpieza adecuada que, preferentemente, se debe realizar en un periodo breve (15-120 min), durante el cual se elimina prácticamente toda la contaminación.

50 La presente invención se basa en el hecho sorprendente de que es posible limpiar adecuadamente los equipos utilizados durante la producción de alimentos mediante la utilización de un sistema de limpieza basado en una combinación de un compuesto de nitroxilo cíclico y un hipohalito. Esto implica la eliminación de la contaminación formada durante la producción de alimentos, por ejemplo precipitada sobre las superficies de los equipos o en los poros de los filtros.

En consecuencia, la presente invención se refiere a la utilización de un sistema de limpieza según la reivindicación 1.

Preferentemente, el compuesto de nitroxilo cíclico es una piperidina sustituida, tal como 2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPO). Este compuesto está disponible en el mercado (número de registro CAS 2564-83-2).

En combinación con un hipohalito, preferentemente un hipobromito, es posible obtener una rápida eliminación de la contaminación mediante la utilización de cantidades catalíticas de TEMPO. El hipobromito, que es el compuesto preferente, se forma preferentemente *in situ* a partir de hipoclorito y bromuro de metal alcalino (de la forma más preferente, NaBr), de modo que se obtiene el sistema de reacción. Cabe señalar que resulta preferente la utilización de bromito porque da lugar a un tiempo de limpieza considerablemente más corto que con el clorito. También es posible generar el bromito a partir de otros componentes o incorporarlo como tal al sistema.

La utilización según la presente invención se lleva a cabo de la forma más preferente poniendo en contacto una solución acuosa del compuesto de nitroxilo, tal como los diferentes radicales nitróxido, por ejemplo, 2,2,6,6-tetrametilpiperidin-N-oxilo (TEMPO), 4-oxo-2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (OTEMPO), 4-hidroxi-2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPOL) y otros derivados con el mismo esqueleto 2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPO), así como derivados basados en 4,4-dimetiloxazolidin-N-oxilo (DOXYL) y 2,2,5,5-tetra-metilpirrolidin-N-oxilo (PROXYL) con el hipohalito en agua con el equipo contaminado.

La concentración del compuesto de nitroxilo cíclico está comprendida preferentemente entre 1 y 250 mg/l, más particularmente entre 2 y 25 mg/l. Dichas concentraciones de compuesto de nitroxilo se pueden combinar adecuadamente con concentraciones de hipohalito (OBr⁻ u OCl⁻), como mínimo, de 0,5 g/l, preferentemente comprendidas entre 0,75 y 10 g/l. Si se utiliza un sistema basado en hipoclorito, bromuro de metal alcalino y el compuesto de nitroxilo, la cantidad de bromuro es significativamente menor que la cantidad de hipoclorito. Dado que el bromito se regenera, una cantidad de bromuro (calculado como Br) de no más de 1 g/l resulta suficiente para las concentraciones anteriores de compuesto de nitroxilo.

En un método característico, se utiliza una cantidad catalítica de TEMPO. Únicamente son necesarias pequeñas cantidades del compuesto de nitroxilo cíclico, ya que el mismo funciona como catalizador para la formación del oxidante activo, el hipohalito, a partir del hipohaluro.

A este respecto, cabe señalar que el presente sistema de compuesto de nitroxilo cíclico e hipohaluro es conocido, por ejemplo por el documento WO-A 95/07303. Esta publicación se refiere a la oxidación de carbohidratos con grupos hidroxilo primarios. Sin embargo, no se especifica de ningún modo en dicha fuente el hecho de que dicho sistema resulta útil para la limpieza de equipos utilizados en la producción de alimentos, en los que la naturaleza de la contaminación es tan diversa como se ha indicado anteriormente. Este hecho resulta aún más sorprendente teniendo en cuenta que los métodos convencionales de limpieza basados en hipohalito, por ejemplo para los filtros en la elaboración de cerveza, no proporcionan el efecto deseado.

La presente invención se puede aplicar a todos los equipos utilizados en el procesamiento de alimentos y que están en contacto con el flujo principal y/o secundario de producción. Más particularmente, la presente invención se puede aplicar a la limpieza de los filtros utilizados para la filtración de leche, productos lácteos, refrescos, sidra, vino, jerez, oporto, zumos de fruta, bebidas destiladas, cerveza, cerveza reposada, cerveza residual, aunque también en la separación del mosto y el grano utilizado, la separación de los turbios calientes y la separación de los turbios fríos.

El contacto entre el líquido de limpieza y el equipo se puede efectuar tanto estática como dinámicamente, es decir: el líquido es estacionario o fluye a través del equipo. Los tiempos de contacto adecuados están comprendidos entre 5 minutos y 2 horas, aunque también dependen, por supuesto, del grado de contaminación, de la concentración de los componentes (más particularmente del compuesto de nitroxilo) y de la temperatura.

El pH del líquido de limpieza se mantiene preferentemente dentro de valores alcalinos. En la práctica, esto equivale a un valor comprendido entre 7 y 12. Cuando se utiliza únicamente hipoclorito junto con el compuesto de nitroxilo, son posibles incluso valores de pH débilmente ácidos (pH > 6). Dado que la limpieza viene acompañada a menudo de la formación de ácidos orgánicos, el mismo se puede controlar mediante la cantidad de sustancia básica necesaria para mantener el pH ajustado. Cuando el consumo de sustancia básica disminuye sustancialmente, incluso después de la administración de HOCl/HOBr, se puede deducir que la limpieza ha terminado. Este sistema tiene la enorme ventaja de que una concentración baja de oxidante resulta suficiente, por lo que se reducen o incluso se eliminan por completo los daños ocasionados a los equipos y piezas.

Tras la limpieza, el equipo se enjuaga y se puede utilizar de nuevo. Cabe señalar que resulta adecuado utilizar el sistema según la presente invención en cada limpieza. Sin embargo, también es posible limpiar alternativamente el equipo, por un lado, con un sistema convencional, por ejemplo a base de detergentes, opcionalmente junto con peróxidos y/o enzimas, y, por otro, con el sistema según la presente invención. También es posible utilizar el sistema según la presente invención como una especie de limpieza posterior después de un sistema convencional.

A continuación, se explica la presente invención a través de algunos ejemplos no limitativos.

EJEMPLO 1

Mediante un módulo de filtración de cerveza reposada que se facilitó con un filtro de membrana no utilizado, se filtró cerveza reposada durante un tiempo a una presión de 0,3 bar. El flujo de cerveza se determinó cierto número de veces (A).

- 5 A continuación, el filtro se limpió durante 2 horas con una solución que contenía 4,5 g/l de HOCl, 35 mg/l de NaBr y 15 mg/l de TEMPO. Tras la limpieza, se repitió la prueba (B). A continuación, este ciclo se llevó a cabo una vez más (C). En la siguiente tabla se muestran algunos resultados.

Tabla

Flujo (l/hora/bar/m²)

Tiempo (min)	A	B	C
20	1100	1100	1400
30	850	1050	1100

REIVINDICACIONES

1. Utilización de un sistema de limpieza basado en un compuesto de nitroxilo cíclico en solución acuosa en una cantidad catalítica comprendida entre 1 y 250 mg/l para la limpieza de equipos utilizados en la producción de alimentos.
- 5 2. Utilización, según la reivindicación 1, en la que dicha producción comprende filtración.
3. Utilización, según la reivindicación 1 ó 2, en la que el compuesto de nitroxilo cíclico se utiliza junto con un hipohalito.
4. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 3, en la que se limpia dicho equipo que comprende un filtro que se utiliza para la producción (filtrado) de leche (productos lácteos), zumos de fruta, cerveza, refrescos tales como limonadas, sidra, vino, jerez, oporto, bebidas destiladas y similares.
- 10 5. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 4, en la que se limpia dicho filtro utilizado para la producción de cerveza.
6. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 5, en la que se limpia un filtro de membrana.
7. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 6, en la que el compuesto de nitroxilo cíclico se utiliza en una cantidad catalítica.
- 15 8. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 7, en la que el compuesto de nitroxilo cíclico utilizado es 2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPO), 4-oxo-2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (OTEMPO), 4-hidroxi-2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPOL) y otros derivados con el mismo esqueleto 2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPO), así como derivados basados en 4,4-dimetiloxazolidin-N-oxilo (DOXYL) y 2,2,5,5-tetrametilpirrolidin-N-oxilo (PROXYL).
- 20 9. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 8, en la que el compuesto de nitroxilo cíclico utilizado es 2,2,6,6-tetra-metilpiperidin-N-oxilo (TEMPO).
10. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 9, en la que el hipohalito utilizado es un hipobromito.
11. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 10, en la que el hipohalito utilizado es una combinación de hipoclorito y un bromuro alcalino.
- 25 12. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 11, en la que el sistema de limpieza se utiliza en forma de solución acuosa.
13. Utilización, según las reivindicaciones 1 a 12, en la que dicha limpieza está precedida de una limpieza con otro sistema de limpieza.

30