

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 326**

51 Int. Cl.:

F26B 5/06 (2006.01)

F26B 5/04 (2006.01)

F26B 13/30 (2006.01)

F25C 1/00 (2006.01)

B01B 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.12.2004** **E 04813265 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2012** **EP 1706693**

54 Título: **Sistema para recuperar el efluente de un proceso de liofilización**

30 Prioridad:

24.12.2003 US 746475

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

27.03.2013

73 Titular/es:

ALSTAT, EDWARD K. (100.0%)

15840 S.E. TEN EYECK ROAD

SANDY OR 97055, US

72 Inventor/es:

ALSTAT, EDWARD K.

74 Agente/Representante:

SANZ-BERMELL MARTÍNEZ, Alejandro

ES 2 399 326 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

SECTOR DE LA INVENCION

La presente invención se refiere al sector de la conservación biológica de bioproductos, incluyendo el sector de los alimentos derivados de animales, alimentos derivados de plantas, hierbas y otros elementos botánicos. La invención se refiere específicamente a los métodos y aparatos utilizados para la valorización y utilización posterior de los efluentes generados durante un proceso de liofilización para uso general y para su uso en la reconstitución del producto seco.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En el sector de la bioconservación, el proceso de liofilización constituye uno de los procesos más conocidos y de mayor éxito. La liofilización es el proceso de congelación de un producto al alto vacío para extraer la mayor parte de la humedad del producto, calentando a continuación el mismo producto al vacío en una cámara de vacío para extraer la poca humedad que permanece en el mismo.

El proceso de liofilización se implantó por primera vez durante la Segunda Guerra Mundial, como método de conservación de plasma sanguíneo y productos farmacéuticos. Con el paso del tiempo ha llegado a constituir un método reconocido de conservación de frutas, verduras y otros bioproductos cultivados para su comercialización. Los métodos de liofilización se están empleando más recientemente en diversos sectores técnicos que abarcan desde el tratamiento químico hasta la fabricación de conductores de superordenadores.

Las aplicaciones más generalizadas de la liofilización son operaciones en las que se procesan frutas, verduras, hierbas y otros consumibles disponibles en el mercado. El motivo principal para emplear el método de la liofilización no es económico, sino porque posiblemente sea el método de conservación óptimo para extraer el agua de un producto y el que implique menos daños para la estructura celular del mismo. De este modo se permite una mejor reconstitución del producto para que se parezca más a su estado natural previo a su desecación.

Se divulga en la US 4.081.914 un liofilizador para la liofilización de alimentos como zumos de frutas y café. El liofilizador descrito en dicha patente consta de una cámara de vacío conectada con una bomba de vacío y dos unidades condensadoras, cada una de las cuales se dota de un depósito de recuperación. Las unidades condensadoras se accionan al mismo tiempo. Se divulga, además, otro tipo de liofilizador en la DE 25 22 840 A, que consta de una cámara de vacío y una única unidad condensadora.

Existen sistemas de liofilización pequeños, medianos y muy grandes utilizados en aplicaciones comerciales. Las empresas que disponen de los mayores sistemas comerciales de liofilización suelen ser las que proporcionan servicios de liofilización comercial a otras entidades. En algunas se utilizan múltiples (20 o más) cámaras de vacío, cada una de las cuales tiene un diámetro de 1,82 metros o más. Estos sistemas suelen ser los que se pueden contratar y funcionan como unidades de lotes, secando simultáneamente múltiples lotes de productos a gran escala comercial.

Los componentes básicos de un sistema de liofilización son una cámara de vacío, que incorpora estantes en los que se colocan los productos, un condensador, una unidad refrigeradora del condensador, una bomba de vacío para crear un vacío en la cámara y un sistema de transferencia de calor/refrigeración, integrado en la mayoría de los casos con los estantes de los productos para el calentamiento y la refrigeración a temperaturas controladas. Los sistemas de liofilización se suelen accionar desde un panel que facilita el control programado de la temperatura, la presión del vacío, el tiempo, etc.. En función del tipo de producto se necesitan distintas medidas de control para conseguir los mejores resultados en la liofilización. En algunas realizaciones más sencillas, el condensador, que se ubica en la cámara cuya función es la de recoger el vapor de agua en forma de hielo, no tiene el equipo necesario para ser calentado para fundir el hielo tras una serie de producción, sino que el hielo se elimina por medios mecánicos, por ejemplo picando o rascándolo, o se derrite pulverizando el condensador con agua.

La producción del agua residual, que se denomina efluente en la presente especificación, forma parte del proceso de liofilización, ya que se producen aguas residuales por la humedad extraída de los productos que se secan. En el proceso el producto se congela antes de ser sometido al vacío. A niveles más elevados de vacío el agua, en su estado congelado, se vaporiza (se sublima) sin pasar por la fase líquida, manteniendo un estado desequilibrado entre el hielo y las condiciones de vacío/temperatura. El vapor de agua producido a partir del hielo sólido se acumula finalmente en forma de cristales de hielo en el condensador, mucho más frío. Hay condensadores de distintas formas, por ejemplo, con un sistema de serpentines, como aparato de forma cónica, con un conjunto de placas, etc. El condensador se enfría utilizando un refrigerador hasta una temperatura inferior a la temperatura de la cámara al vacío, haciendo que el vapor extraído se acumule en el condensador en forma de cristales de hielo.

Una vez extraído el producto liofilizado e aumentada la temperatura, los cristales de hielo suelen derretirse y caer al suelo de la cámara de vacío (condensador interno) o del alojamiento del condensador (si es externo) durante la operación de descongelación. Se puede utilizar algún método manual para rascar y picar el hielo, de la forma descrita anteriormente, o se puede utilizar agua u otro material, por ejemplo, para derretirlo. La humedad se suele expulsar del sistema en forma de efluente.

El presente inventor ha tenido la idea de que el efluente producido por las operaciones de liofilización podría ser aprovechado para muchos usos interesantes, ventajosos y únicos si se recuperase adecuadamente, en lugar de ser vertido en el sistema de alcantarillado o vertido como deshecho.

Por lo tanto, existe la manifiesta necesidad de métodos y aparatos de valorización del efluente extraído de los productos liofilizados y métodos para el uso del producto recuperado.

RESUMEN DE LA INVENCION

En una realización preferente de la presente invención se facilita un sistema para recuperar efluente de un proceso de liofilización, compuesto por

- una cámara de vacío conectada con una bomba de vacío
- una primera unidad condensadora dotada de un primer depósito de recuperación
- una segunda unidad condensadora dotada de un segundo depósito de recuperación

La primera unidad condensadora está acoplada a la cámara de vacío a través de una válvula de vacío accionable a distancia, y acoplada a la bomba de vacío a través de una segunda válvula de vacío accionable a distancia. La segunda unidad condensadora está acoplada a la cámara de vacío a través de una tercera válvula de vacío accionable a distancia, y acoplada a la bomba de vacío a través de una cuarta válvula de vacío accionable a distancia. Las cuatro válvulas de vacío son accionables selectivamente mediante una estación de control de programación, de modo que sendas unidades condensadoras puedan ser conectadas independientemente con la cámara de vacío y con la bomba de vacío, y cada una de las mismas pueda ser aislada selectivamente de tanto la cámara de vacío como de la bomba de vacío. Este sistema permite que una unidad condensadora se abra a la atmósfera para su mantenimiento y la eliminación del efluente recogido mientras la otra está sometida al vacío, conectada con la cámara de vacío, y condensando el efluente.

En una realización de la invención se puede disponer un mecanismo de calentamiento para calentar la unidad condensadora con el fin de facilitar la recogida del efluente de la unidad condensadora. Además, en una de las realizaciones el mecanismo de calentamiento se controla desde la estación de control de programación.

En algunas realizaciones, el mecanismo de calentamiento tiene acceso a dos medios de transferencia, uno para subenfriar la unidad condensadora, y otro para suministrar calor a la unidad condensadora. Asimismo, en algunas realizaciones los medios de transferencia pueden incluir nitrógeno líquido, una solución de amoníaco, o freones para el enfriamiento así como propileno, lexol, glicol o glicerina para el calentamiento.

Además, en algunos casos los depósitos de recuperación pueden tener un recipiente secundario conectado con los mismos para almacenar efluente, quedando dicho depósito aislado contra la congelación durante el proceso de liofilización

En algunas realizaciones, el mecanismo de calentamiento puede ser un generador de vapor conectado con la unidad condensadora. En algunas realizaciones se puede incorporar además un filtro de compresión para separar el agua de los otros componentes para la generación de vapor. Adicionalmente, los cristales de hielo que representan el efluente extraído de un producto que se está desecando pueden ser recogidos en una unidad de condensadores seleccionada al final de una serie de liofilización y pueden ser calentados por el generador de vapor mediante la inyección de vapor a fin de provocar el derretimiento del hielo, que fluirá hasta el depósito de recuperación asociado, desde el cual se puede bombear para sacarlo del depósito.

Según otro aspecto de la invención un método de recuperar el efluente de un sistema de liofilización consta de los siguientes pasos:

- a) conexión por separado de una única cámara de vacío con una primera unidad condensadora y con una segunda unidad condensadora a través de una primera válvula de vacío y una segunda válvula de vacío;
- b) conexión de la primera unidad condensadora con una bomba de vacío a través de una tercera válvula de vacío y conexión de la segunda unidad condensadora con la bomba de vacío a través de una cuarta válvula de vacío;
- c) accionamiento selectivo de las cuatro válvulas de vacío mediante una estación de control de programación de modo que cada una de las unidades condensadoras pueda conectarse por separado con la cámara de vacío y con la bomba de vacío, y para que cada una de ellas pueda quedar aislada selectivamente de tanto la cámara de vacío como de la bomba de vacío, permitiendo de este modo que una unidad condensadora se abra a la atmósfera para permitir la eliminación del efluente recogido y las operaciones de mantenimiento mientras la otra está sometida al vacío, conectada con la cámara de vacío, y condensando el efluente.

En algunas realizaciones de este método se facilita la recogida de agua mediante un mecanismo de calentamiento que se utiliza para calentar la unidad condensadora. Además, puede haber dos mecanismos de calentamiento, una unidad para cada condensador.

En algunas realizaciones, el mecanismo de calentamiento puede tener acceso a dos medios de transferencia, uno para subenfriar la unidad condensadora, y otro para entregar calor a la unidad condensadora. Además, en algunas realizaciones los medios de transferencia pueden incluir nitrógeno líquido, una solución de amoníaco, o freones para el enfriamiento, así como propileno, lexol, glicol o glicerina para el calentamiento.

En algunos casos, en el paso a) del método cada uno de los depósitos de recuperación puede tener un recipiente secundario conectado con el mismo para almacenar efluente, aislando el recipiente contra la congelación. En otras realizaciones, en el paso c) el calentamiento puede ser realizado por un mecanismo de entrega de calor en forma de un generador de vapor conectado con al menos una unidad condensadora. En otra realización más, el método comprende el paso de separar el agua de los otros componentes para la generación de vapor mediante un filtro de compresión.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

- La FIG. 1 es un diagrama de bloques que ilustra una típica arquitectura de un sistema de liofilización de acuerdo con la técnica anterior.
- La FIG. 2 es un diagrama de bloques que ilustra la arquitectura de un sistema de liofilización capaz de recuperar el efluente de acuerdo con una realización de la presente invención.
- La FIG. 3 es un diagrama de bloques que ilustra un proceso de filtración al que se somete el efluente recuperado de la operación de liofilización.
- La FIG. 4 es un diagrama de flujo de procesos que ilustra los pasos para recuperar el efluente de una operación de liofilización de acuerdo con una realización de la presente invención.
- La FIG. 5 es un diagrama de bloques que ilustra la arquitectura correspondiente a un sistema de liofilización capaz de recuperar el efluente de acuerdo con una realización alternativa de la presente invención.
- La FIG. 6 es un diagrama de flujo de procesos que ilustra los pasos necesarios para recuperar el efluente de una operación de liofilización de acuerdo con una realización alternativa de la presente invención.

DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERENTES

La invención proporciona un sistema de liofilización capaz de recuperar el efluente, de modo que el agua residual que se hubiera desperdiciado se pueda aprovechar para usos ventajosos, cuyos métodos y aparatos se describen de forma detallada más adelante.

La Fig. 1 es un diagrama de bloques que ilustra una típica arquitectura de un sistema de liofilización 100 de acuerdo con la técnica anterior. Tal y como se describió brevemente en la sección de antecedentes de esta especificación, un liofilizador típico según la técnica anterior consta de una cámara de vacío y unos estantes en los que se colocan los productos, una bomba de vacío para la evacuación de la cámara, un condensador para congelar el vapor sublimado del producto y una estación de control para la iniciación y el control del proceso.

El sistema 100 dispone de una cámara de vacío 101, que actúa como cámara para alojar el producto que se someterá a la liofilización. En este ejemplo la cámara 101 está conformada en la forma general de un tonel de cierto diámetro y profundidad, aunque la forma y las dimensiones de la cámara pueden variar mucho en distintos ejemplos del equipo. La cámara 101 de este ejemplo incorpora además una pluralidad de estantes 105 apoyados en la misma para sujetar los productos durante su tratamiento. Los estantes 105 de este ejemplo se disponen de forma horizontal en la cámara 101.

La temperatura en el interior de la cámara 101 se controla principalmente por una unidad de control de temperatura 102. La unidad 102 de este ejemplo tiene una unidad de calentamiento y refrigeración 104 y una bomba de transferencia de calor 103. La bomba 103 bombea un medio de transferencia de temperatura, por ejemplo lexol, propileno, glicol o glicerina a través de unos estantes 105. Dichos medios pueden ser calentados o enfriados según unas especificaciones exactas de temperatura para reducir el tiempo de secado de los productos en comparación con algunos sistemas más primitivos. Al mantener una condición inestable con respecto a la variación de temperatura y vacío, se habilita y se optimiza el proceso de liofilización. La unidad 102 se acopla a la cámara 101 y a los estantes 105 mediante unas conducciones de entrada y salida 107, adaptadas para llevar el medio de transferencia. La tubería de transferencia (no indicada) se dispone a lo largo de los estantes individuales, de modo que el calentamiento o el enfriamiento incida más directamente en el producto. En algunos casos más básicos, además, es posible no emplear el calentamiento, del modo ya descrito brevemente.

El sistema 100 de este ejemplo tiene una unidad externa de condensadores 108 dispuesta en el mismo con la función de extraer humedad en forma de vapor sublimado de los productos colocados en los estantes 105 durante la liofilización. En muchos casos el condensador 108 puede ubicarse en el interior de la cámara 101, pero su colocación externa implica algunas ventajas en ciertos casos. El condensador 108 es enfriado independientemente de la cámara 101 por una unidad de refrigeración de condensadores 111. La unidad de refrigeración 111 utiliza, por ejemplo, freones, una solución de amoníaco o nitrógeno líquido o un elemento análogo para enfriar el aparato del condensador que puede ser un sistema de serpentinillas, placas, conos u otros aparatos.

En este ejemplo, el condensador 108 se coloca fuera de la cámara 101, pero en otros sistemas el condensador se sitúa en el interior de la misma cámara de vacío. La unidad 111 está conectada con la unidad 108 por una línea de transferencia 112.

El sistema 100 incorpora una bomba de vacío 109 con la función de evacuar la cámara 101, incluyendo el volumen ocupado por el condensador. En este ejemplo la bomba 109 se coloca en la parte del condensador 108 opuesta a la cámara 101, aunque podría situarse en otra posición. El sistema 100 se controla desde una estación de control de programación 110. La estación 110 tiene líneas de control (106) dirigidas a los distintos componentes, 102, 101, 108, 111, y 109. La estación 110 proporciona el control del sistema sobre la temperatura en el interior de la cámara 101 y el condensador 108. La presión y la duración del vacío se controlan desde la estación 110.

El sistema según la técnica anterior mostrado en este ejemplo carece de la capacidad de recuperar el efluente del proceso. En una aplicación típica los productos apoyados en estantes 105 se pre-congelan antes de realizar el proceso de liofilización. Al introducir un alto vacío, regulando a continuación la temperatura en el interior de la cámara de vacío, se extrae la humedad del producto en una primera fase de liofilización "primaria". Durante una segunda fase se suele introducir calor en los estantes 105 por la unidad 102 y se extrae el pequeño porcentaje de humedad que permanece al aumentar el vacío. En la segunda fase se suele extraer un 10-20% adicional de la humedad restante en casos representativos y en un típico producto liofilizado queda entre un 2 y un 9% de contenido de humedad.

Una serie de producción típica de un material botánico crudo puede constar de una fase de congelación inicial de menos 30 grados Celsius a presión atmosférica normal durante aproximadamente dos horas. Se puede aplicar un periodo adicional de cuatro horas a la misma temperatura pero con una presión de vacío inicial de 0.3mBar. Una fase primaria de secado puede durar entre 18 y 24 horas a -10 grados Celsius a una presión de vacío de 0.2mBar. La fase secundaria de secado puede durar otras 12 horas, durante las cuales se eleva la temperatura en la cámara de vacío hasta +30 grados Celsius y se bombea la cámara de vacío para que siga bajando, hasta 0.1mBar.

Normalmente el efluente cae del condensador en forma de hielo o agua y sale por un sistema de canalones a la tierra o entra en el alcantarillado como aguas residuales. Si el condensador se aloja en el interior de la cámara de los productos el efluente suele caer al suelo de la cámara del producto, de donde se extrae por canalones. Un objeto de la presente invención trata de proporcionar un método y sistema para recuperar el efluente para su valorización de forma ventajosa y económica.

En una realización sencilla de la presente invención se proporcionan una o varias bandejas de recogida para recoger el material formado en el condensador en forma de cristales de hielo. Después de una serie, en una realización tan sencilla se coloca una bandeja para recoger el material que cae del condensador, y se puede rascar o picar el hielo del condensador y dejarlo caer en la bandeja colectora. A continuación se puede sacar la bandeja, o bien dejando los cristales de hielo para que se derritan, o provocando este proceso, y se conserva el efluente resultante para su uso posterior tal y como se describe abajo con más detalle. En una variación de este proceso, se puede utilizar agua para ayudar a recoger los cristales del condensador, y en otra variación el agua utilizada puede ser efluente recogido anteriormente de una operación similar, de modo que no se diluya excesivamente el efluente que se recoge.

Los inventores han reconocido además que cualquier forma de contaminación del efluente puede ser perjudicial, así que se ha procurado evitar la contaminación. Por este motivo los utensilios y recipientes de recogida pueden ser esterilizados, los condensadores pueden ser limpiados de forma regular y también esterilizados, o bien mediante la aplicación de calor, de vapor, o en algunos casos mediante la aplicación de agentes de esterilización, como ozono o etanol.

La Fig. 2 es un diagrama de bloques que ilustra una arquitectura de un sistema de liofilización 200 preparado para realizar una recuperación eficiente y en algunos casos automática, del efluente, según una realización de la presente invención. Algunos de los elementos ilustrados en este ejemplo son idénticos a los elementos de la Fig. 1. Dichos elementos retienen sus designaciones originales y no se vuelven a introducir

El sistema 200 consta de una cámara de vacío 101, estantes de productos 105, una unidad de control de temperatura 102 que incluye una bomba 103 y una unidad de calentamiento/refrigeración 104, tal y como se describen en el ejemplo de la técnica anterior de la Fig. 1. En esta realización más avanzada, el sistema 200 tiene dos condensadores, el condensador 201a y el condensador 201b, en lugar de utilizar un solo condensador. Los condensadores 201a y 201b son similares uno con otro y con respecto al condensador 108 descrito anteriormente, aunque no constituye una limitación de la invención. Los condensadores 201a y 201b se colocan, en esta realización, en el exterior de la cámara de vacío 101 de modo que los condensadores se puedan aislar independientemente de la cámara de vacío 101. Una línea de vacío entre la cámara y cada uno de los condensadores tiene dos válvulas de aislamiento 204a y 204b dispuestas con el fin de aislar uno de los condensadores 201a o 201b para su uso durante una serie de producción, mientras el condensador no seleccionado permanece desactivado y abierto a la presión atmosférica. Además, es posible aislar ambos condensadores de la cámara de vacío. Por lo tanto cada condensador queda accesible a través de un conducto de vacío independiente y se puede alternar las cámaras de los condensadores durante las series de producción secuenciales. Se proporciona una configuración idéntica de dos

válvulas de aislamiento 205a y 205b y conductos de vacío (203) en las salidas de los condensadores que se conectan con una bomba de vacío 207. Aunque es posible utilizar el sistema abierto con respecto a las válvulas 204a y 204b para incluir ambos condensadores simultáneamente en el conducto de vacío, un aspecto a destacar en este caso es la posibilidad de aislar uno de los condensadores mientras que el otro se utiliza en las operaciones de liofilización.

Las válvulas 204a, 204b, 205a y 205b se controlan desde una estación de programación perfeccionada 211 mediante cables de control 206. Cada uno de los condensadores 201a y 201b se dota de un depósito de recuperación, sendos depósitos 209a y 209b respectivamente. Los depósitos de recuperación 209a y 209b se adaptan como recipientes para recoger el efluente recogido de sus respectivos equipos. Por tanto, los depósitos 209a y 209b se suelen ubicar directamente debajo de sus respectivos equipos de condensadores. Los depósitos 209a y 209b están al menos parcialmente abiertos y adaptados para recoger el hielo y líquido que cae del equipo del condensador directamente arriba. Las dimensiones de las aberturas de los depósitos 209a y 209b son al menos suficientes para recoger todo el hielo que puede acumularse en los condensadores 201a y 201b respectivamente. Los depósitos 209a y 209b pueden ser fabricados de un polímero duradero o un metal no-corrosivo. Los depósitos 209a y 209b también están conectados preferentemente para el trasvase del agua mediante una línea de trasvase de agua 210. La línea 210 puede ser una tubería de PVC o de cobre, u otra tubería metálica no-corrosiva.

Mediante el accionamiento selectivo de las válvulas 204a, 204b, 205a y 205b, se puede controlar la unidad de liofilización utilizando un condensador para recoger el efluente, mientras el otro condensador queda aislado y abierto al aire, de modo que se pueda extraer del condensador el efluente condensado en un ciclo anterior. Los métodos de eliminación pueden variar, del modo descrito anteriormente, desde el sistema en que simplemente se espera a que se derrita el hielo, hasta el de rascar el hielo del condensador, o utilizar agua o efluente ya recogido para derretir el hielo del condensador, o cualquier combinación de estas y otras técnicas.

Cada depósito de recuperación 209a y 209b tiene, en una realización, un mecanismo de bomba (no mostrado) dispuesto en el mismo y conectado con la línea 210. De este modo el efluente recogido en los depósitos 209a y 209b se puede bombear de los depósitos y extraerse del sistema en una operación de filtración a través de la línea 210. En otra realización, la línea 210 es una línea de sifón y el agua que se acumula en los depósitos 209a y 209b se sifona automáticamente para extraerla a través de la línea 210.

En una realización avanzada, la temperatura de sendas unidades condensadoras 201a y 201b puede ser controlada por su propia unidad de refrigeración y calentamiento (CRHU), indicadas como CRHU 202a para el condensador 201a y CRHU 202b para el condensador 201b. La CRHU 202a tiene una línea de transferencia bidireccional 212a que la conecta con el condensador 201a para permitir el ciclado de transferencia del medio de control de temperatura, por ejemplo una solución de amoníaco, freones, o nitrógeno líquido para enfriar el condensador 201a. En esta realización el condensador 201a también puede ser calentado por turno por la CRHU 202a, utilizando otro medio como lexol, propileno, glicol o glicerina, por ejemplo, descrito con respecto al ejemplo de una unidad de control de temperatura 102 de la Fig. 1 anterior. Del mismo modo, la CRHU 202b tiene una conexión con el condensador 201b utilizando una línea de transferencia bidireccional 212b y es capaz de calentar y enfriar, igualmente. Las CRHUs 202a y 202b son controladas directamente desde la estación de programación 211 mediante las líneas de control 213.

La bomba de vacío 207 es similar a la bomba de vacío 109 descrita con respecto al ejemplo de la técnica anterior 1 con la excepción de su configuración con respecto a la inclusión del condensador 201a o del condensador 201b en su conducto de vacío. La bomba de vacío 209 tiene un filtro 208 conectado con la misma en su salida de gases. El filtro 208 puede ser un filtro de carbón vegetal u otro tipo adecuado de filtro adaptado para filtrar los vapores de aceite volátiles antes de expulsarlos a la atmósfera.

En este ejemplo, durante una serie de liofilización, se puede utilizar un condensador cargado de cristales de hielo de una serie anterior para recoger el efluente del condensador mientras el otro condensador está en servicio, sin interrumpir el ciclo de liofilización. Como alternativa al sistema de recuperación automática tal como se describe en la presente, se puede quitar manualmente el hielo del condensador y dejarlo caer en un depósito de recuperación. Este proceso es posible tanto con 1 como 2 condensadores activos, aunque se tarda mucho en el caso de disponer de solo un condensador en el sistema, y comporta la obligación de dejar el sistema completo inactivo innecesariamente durante un tiempo.

Al usar el sistema descrito en esta realización, al final de un ciclo de liofilización, el producto liofilizado se puede extraer de la cámara 101 y la cámara se puede recargar con más producto para la serie siguiente mientras se procede a la recuperación del efluente. El condensador utilizado en la serie anterior se puede aislar para el tratamiento mientras el condensador inactivo se incorpora al sistema para su uso durante la serie de producción actual. De este modo no se pierde tiempo en la liofilización de los productos. En una realización preferente el método de recuperación de efluente es automático y se puede programar desde la estación 211 sin requerir ninguna intervención humana.

En esta realización avanzada la CRHU 202a y la CHRU 202b están capacitadas para calentar y enfriar de forma alterna ciclando un medio adecuado a través de unos conductos en cada uno de los condensadores adaptados al efecto. Al subenfriar, se puede utilizar nitrógeno líquido y al calentar se puede utilizar propileno, por ejemplo. Quedará evidente para una persona experta en la técnica que se puede utilizar otras soluciones y gases también. El efluente reclamado de los condensadores en el sistema 200 consta de aproximadamente un 95% de la humedad extraída del producto. La línea de recuperación 210 sale del sistema 200 y entra en un proceso de filtración que se describe con más detalle abajo

La Fig. 3 es un diagrama de bloques que ilustra un proceso de filtración 300 realizado en el efluente recuperado de la operación de liofilizado del sistema 200 de acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención. El proceso 300 comienza con el efluente recogido de la operación de liofilizado, que se sifona o bombea a un depósito grande de retención 301. Una flecha de dirección que indica el depósito 301 representa el efluente sifonado o bombeado del sistema de liofilización a través de la línea 210 descrita en relación con la Fig. 2 anterior. El efluente en el depósito 301 se bombea a continuación a un filtro de microporos de cuatro fases 302. El filtro 302 se adapta para eliminar cualquier sólido y microorganismo del efluente en cuatro fases graduadas. Las últimas fases eliminan la mayoría de los microorganismos que pueda contener. El filtro 302 quita el material particulado, cualquier organismo parasítico, el óxido y cualquier agente químico indeseado. El filtro de microesporas 302 actúa como una criba y no se emboza. Las dimensiones de los poros de filtración son muy pequeñas, hasta 2 micra de diámetro o anchura si se proporcionan ranuras. El material de los medios de filtración puede ser una cerámica rígida y las distintas fases pueden incluir además otros medios como el carbón vegetal, etc. En lugar del filtro 302, se puede utilizar otros tipos de aparatos de filtración tal como filtros de micro-membranas o técnicas de filtración por ultra-poros. El inventor conoce la existencia y la disponibilidad de distintos tipos y materiales de filtros.

Tras la filtración, el efluente pasa opcionalmente a través de un ozonizador, que mata efectivamente cualquier micro-organismo que permanezca en el mismo. Para el uso general y la reconstitución de productos desecados, las técnicas de filtración son adecuadas para la certificación del efluente como producto para el consumo humano. El tipo de filtración utilizado conserva la esencia o el "mensaje" del efluente derivado del producto liofilizado y no introduce productos químicos ni otros cuerpos extraños en el efluente. El efluente resultante es claro y consumible.

Se incorpora una unidad de verificación 304 en línea tras la filtración para asegurar el correcto funcionamiento del equipo de filtración y el mantenimiento puntual de los componentes del filtro. La unidad de verificación 304 puede ser un pequeño recipiente de laboratorio en el que se desvía el efluente filtrado en un modo de muestreo periódico. Las pruebas realizadas incluyen pruebas que detectan la presencia de cualquier material particulado, microorganismos, ciertos productos químicos, etc..

Tras filtrar el efluente completamente, se bombea a una unidad de envasado 305 en la que se rellenan y se cierran herméticamente botellas o "packs" del efluente de producto, según el proceso normal de envasado de agua y otros líquidos. El aparato de filtración descrito en la presente se puede considerar parte del sistema global de recuperación de efluente 200, por el hecho de que el efluente recuperado sea tratado de forma completamente automática hasta que se envase y se cierre.

La recuperación del efluente del proceso de liofilización implica numerosos beneficios. Una de las ventajas principales es que los costes asociados con la liofilización pueden ser reducidos comercializando el efluente recuperado para usos como el consumo general o para la reconstitución de productos. Por ejemplo, un sistema dedicado al tratamiento de fresas producirá "agua de fresas", que contiene la firma del componente natural del producto del que se ha extraído. Otra ventaja es que el consumidor podrá entender que el envase que recibe incluye el producto integral que se sometió al proceso de liofilización.

Las pruebas empíricas han demostrado que el efluente extraído de distintos productos se cristaliza de acuerdo con distintas pautas. Dichas pautas son mayormente idénticas para el efluente sacado de un producto del mismo tipo. Aunque no demostrados científicamente, se puede relacionar por lo menos de forma razonable y lógica algunos beneficios implícitos en la creación de un nuevo mercado de consumidores para el efluente recuperado. Por ejemplo, es más probable que una rosa liofilizada se reconstituya más rápidamente si el agua utilizada para reconstituirla haya sido recuperada originalmente del lote de rosas liofilizadas. Del mismo modo, es lógico que la leche materna liofilizada se reconstituya mejor utilizando el efluente original que agua del grifo, que puede introducir una gran cantidad de productos químicos y otras sustancias que no formaban parte de la fórmula original

Para el consumo humano de forma general, se puede ofrecer el efluente de una variedad de frutas, hierbas y plantas medicinales. Dicho efluente, libre de productos químicos ajenos o material particulado, se puede comercializar como "agua orgánica" certificada, por ejemplo, que se puede proporcionar en tantas variedades como existan productos consumibles sometidos a la liofilización.

Otro beneficio adicional de recuperar el efluente de una operación de liofilización es que, en términos matemáticos, la fuente del efluente es un recurso natural no explotado en lugar de extraer el efluente de suministros "extra-corporales" existentes, como los embalses, riachuelos o similares, o de plantas de tratamiento de agua que suministran agua potable a los sistemas urbanos.

La Fig. 4 es un diagrama de flujo de procesos 400 que ilustra los pasos de recuperación del efluente utilizando el sistema de liofilización 200 de acuerdo con una realización de la presente invención. En el paso 401, se ha llegado al final del ciclo de liofilización actual. Esto significa que el producto en el interior de la cámara de vacío está preparado para ser descargado y se puede cargar un nuevo producto en el paso 402.

En el paso 403, se selecciona y se activa el condensador que no estaba activado en la serie de producción que acaba de terminar para comenzar un nuevo ciclo de liofilización manipulando las válvulas de vacío desde una estación de programación de forma análoga al proceso descrito en relación con la Fig. 2 anterior. Este proceso se puede realizar automáticamente en algunos casos y manualmente en otros. En el paso 404 se empieza una nueva serie de producto.

En el paso 405, se selecciona la unidad condensadora actualmente desactivada para recoger efluente de la serie anterior. Por supuesto el condensador desactivado se aísla de la ruta de vacío del sistema. Se asume que la presión de vacío se aumenta hasta la presión atmosférica antes de abrir la cámara del condensador.

En el paso 406 se activa la unidad auxiliar de refrigeración y calentamiento del condensador (CRHU), en el caso de estar incorporada, conectada con el condensador seleccionado en el paso 405, para una rápida operación de descongelación. En el paso 407, un medio de transferencia calentado se cicla a través del condensador que ha de ser descongelado. Este paso puede formar parte de una secuencia temporizada automáticamente, o se puede iniciar manualmente por un operario desde una estación de control análoga a la estación 211 descrita en relación con la Fig. 2. Además, todas las fases de este proceso pueden ser programados para su secuenciado automático temporizado. Si no existe ninguna unidad de calentamiento el hielo se puede rascar o quitar de otra forma del condensador inactivo.

En el paso 408, los cristales de hielo acumulados en el condensador en la serie de producción anterior caen en un depósito de recuperación análogo a los depósitos 209a y 209b descritos en relación con la Fig. 2. Conforme el efluente se va llenando el depósito de recuperación, se extrae del depósito por bombeo o sifonado, en los sistemas dotados de esta posibilidad, previo a la siguiente serie de producción en el paso 409, puesto que cualquier efluente que quede en el depósito de recuperación después de una serie de producción se volverá a congelar una vez que el condensador se utilice de nuevo para el subenfriado en la serie siguiente. En el paso 409 el efluente recuperado se puede bombear a un proceso de filtración idéntico o similar al proceso descrito en relación con la Fig.3 anterior. El paso 409 se resuelve volviendo al paso 401, el final de una serie actual. El proceso se puede repetir en bucle mientras el sistema se está utilizando.

Quedará evidente para una persona experta en la técnica que los pasos del proceso 400 pueden ser iniciados a petición desde una estación de control, o pueden ser programados para ejecutarse automáticamente en una secuencia de bucle de acuerdo con los parámetros de tiempo. En una de las realizaciones los depósitos de recuperación de agua pueden ser dotados de un segundo recipiente aislado, colocado debajo de la parte abierta del depósito de modo que no sea necesario bombear el efluente para extraerlo después de cada serie de producción. En esta realización el efluente que cae en el depósito se vacía a un recipiente aislado inferior y el efluente en su interior permanece en un estado líquido incluso durante la fase de subenfriamiento del condensador. En esta realización el efluente tan solo se ha de bombear hasta el filtro cuando los recipientes inferiores están llenos. Si se utilizan los recipientes inferiores se pueden aislar para no transferir el calor a la zona de la cámara del condensador y se pueden mantener a una temperatura ligeramente superior a la de congelación mediante un sistema de calentamiento similar a la unidad de control de temperatura 102 descrita en relación con la Fig. 2.

La Fig. 5 es un diagrama de bloques que ilustra la arquitectura de un sistema de liofilización 500 capaz de recuperar el efluente de acuerdo con otra realización más de la presente invención. El sistema 500 es idéntico al sistema 200 con la excepción de los componentes utilizados para descongelar los condensadores. Los componentes ilustrados en la presente que se han introducido anteriormente en relación con la descripción del ejemplo de la Fig. 2 anterior no se volverán a introducir y conservarán sus designaciones originales.

En lugar de tener una unidad independiente de refrigeración y calentamiento (CRHU) del modo descrito en más detalle en relación con el sistema 200, el sistema 500 tiene solo una unidad enfriadora de condensadores (CRU) que no requiere la capacidad de calentamiento. La CRU 501 es en gran parte análoga en su diseño y función a la unidad 111 descrita en relación con el sistema 100 de la Fig. 1. El único aspecto diferenciador es que la unidad 501 es responsable de refrigerar tanto el condensador 201a como el condensador 201b. La CRU 501 está conectado con los condensadores 201a y 201b mediante una línea de transferencia a presión 502. Se puede asumir que la línea 502 tiene una válvula (no indicada) para el desvío de la ruta, de modo que la CRU 501 se pueda emplear selectivamente para enfriar uno u otro de los condensadores a la vez.

La bomba de vacío 207 tiene un filtro de compresión (CF) 502 conectado con la misma en la parte de salida de gases. La CF502 es capaz de separar los vapores volátiles de aceite de los vapores de agua comprimiéndolos en líquidos y utilizando una técnica de separación por filtración para separar el agua de los vapores indeseables como los vapores de aceite de vacío. En esta realización alternativa, el efluente filtrado tomado de una bomba de vacío

207 se bombea hasta un generador de vapor 503 mediante una línea de transferencia a presión 507. El generador de vapor 503 calienta el agua para convertirlo en vapor a presión.

El generador 503 está conectado con las unidades condensadoras 201a y 201b mediante una línea de transferencia a presión 504. La línea de transferencia 505 tiene una válvula, no mostrada, para desviar la ruta, de modo que el vapor se puede inyectar selectivamente en el condensador 201a o en el condensador 201b. El generador 503 recoge bastante agua durante una serie de liofilización para proporcionar suficiente vapor para una rápida descongelación de un condensador desactivado cargado de cristales de hielo. Los cristales de hielo fundido caen en el depósito de recuperación asociado tal como se ha descrito anteriormente en relación con la descripción del sistema de la Fig. 2 y se extraen por bombeado hasta la filtración. Las pequeñas cantidades de contaminante que se puedan arrastrar en el vapor utilizado para descongelar un condensador se filtran utilizando un sistema similar o idéntico al descrito en relación con la Fig. 3 anterior

Aunque se trata de una realización alternativa, el sistema y proceso descritos logran sin embargo el objetivo de una rápida descongelación de un condensador desactivado mientras el otro condensador se subenfía durante una serie de producción. El único motivo por el que la arquitectura del sistema 200 puede ser preferible a la arquitectura del sistema 500 es que no se expone el efluente recuperado a ninguno de los elementos expulsados en la emisión de gases durante el vacío y posiblemente introducidos en el vapor del sistema 500. Sin embargo, con la filtración puntera de elementos prácticamente todos los elementos expulsados en la emisión de gases no deseados se pueden recoger antes de la generación del vapor. El filtro de compresión 502, el generador 503, y la CRU 501 se controlan desde la estación 211 mediante líneas de control 506.

La Fig. 6 es un diagrama de flujo de procesos 600 que ilustra los pasos necesarios para recuperar el efluente de un sistema de liofilización 500. Los cuatro primeros pasos del proceso son idénticos a los cuatro primeros pasos descritos en relación con el proceso 400 de la anterior Fig. 4. En el paso 601 se llega al final de la actual serie de producción. En el paso 602 el producto secado se extrae y se coloca un nuevo lote de producto en la cámara de vacío para la próxima serie. En el paso 603 se selecciona el condensador no utilizado en la serie anterior y se activa para la próxima serie. En el paso 604 se inicia la nueva serie

En el paso 605 se activa un generador de vapor análogo al generador de vapor 503 descrito en relación con la Fig. 5. Tal y como ya se ha descrito, el generador de vapor 503 ha recogido agua del filtro de compresión de salida de gases 502 durante la serie anterior y tiene el agua almacenada y preparada para la generación del vapor. En el paso 605, se genera vapor a presión.

En el paso 606 se selecciona el condensador (actualmente desactivado) utilizado en la última serie de producción para su descongelación. En el paso 607, el vapor generado se inyecta en la unidad condensadora para descongelar rápidamente los cristales de hielo de la serie anterior mientras la serie actual continúa utilizando el otro condensador. En el paso 608, el hielo se derrite y cae en un depósito de recuperación tal como ya se ha descrito en relación con el paso 408 del proceso 400. En el paso 609 el efluente recogido se bombea hasta la filtración tal como se ha descrito ya en relación con el paso 409 del proceso 400.

Se ha de destacar que en este sistema el proceso de generación de vapor no utiliza agua externa, sino el efluente que se escapa y entra en la bomba de vacío, pasando el condensador. Cualquier vapor indeseable ha sido atrapado en el filtro de compresión. Cualesquiera elementos extraños que permanezcan se filtran durante el proceso de filtración descrito en relación con la Fig. 3 anterior.

Quedará evidente para un experto en la técnica que la recuperación del efluente de la liofilización crea nuevos mercados para su uso general y para la reconstitución del producto posterior. Será evidente, además, que el proceso de recuperación del efluente se puede conseguir eficientemente sin provocar demoras temporales en las operaciones de liofilización comerciales o privadas. Los grandes sistemas comerciales que ciclan constantemente lotes del mismo producto pueden recuperar un porcentaje de sus costes operativos recuperando y comercializando el efluente en lugar de echarlo a perder. Cuando un sistema se cambia a otro producto para su liofilización distinto al producto anterior en el sistema, se puede realizar una operación de limpieza del sistema para eliminar trazas del producto anterior si los bioconstituyentes entre los productos no concuerdan en el sentido del efluente recuperado del proceso. Por ejemplo, si el sistema se utiliza para liofilizar la leche materna durante varias series de producción y se ha programado para liofilizar fresas en la próxima serie, el sistema se limpiaría antes de comenzar la primera serie de producción con las fresas. El sistema de la invención crea nuevos productos y consumidores que no existían anteriormente en el mercado

Será obvio para un experto que existen muchas modificaciones que se pueden introducir a las realizaciones de la invención descrita anteriormente sin alejarse del espíritu y del alcance de la invención. Por ejemplo, existen muchas formas en que el efluente reclamado puede ser envasado con el producto liofilizado vendido a los consumidores y se ha descrito solamente unas pocas de ellas. Se ha de considerar la presente invención del modo más amplio posible a la luz de la variedad de posibilidades de realizaciones y productos, algunas de las cuales ya se han descrito. El espíritu y el alcance de la presente invención deben ser limitados únicamente por las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Sistema (200) para recuperar el efluente de un proceso de liofilización, compuesto por: una cámara de vacío (101) conectada con una bomba de vacío (207); una primera unidad condensadora (201a) dotada de un primer depósito de recuperación (209a); y una segunda unidad condensadora (201b), con un segundo depósito de recuperación (209b); caracterizado en que la primera unidad condensadora (201a) está acoplada a la cámara de vacío (101) a través de una primera válvula de vacío (204a) accionable a distancia, y acoplada a la bomba de vacío (207) a través de una segunda válvula de vacío (205a) accionable a distancia, y porque la segunda unidad condensadora (201b) está acoplada a la cámara de vacío (101) a través de una tercera válvula de vacío (204b) accionable a distancia, y acoplada a la bomba de vacío (207) a través de una cuarta válvula de vacío (205b) accionable a distancia. Las cuatro válvulas de vacío (204a, 205a, 204b, 205b) son accionables selectivamente mediante una estación de control de programación (211), de modo que cada unidad condensadora (201a; 201b) se pueda conectar por separado con la cámara de vacío (101) y con la bomba de vacío (207), y de modo que cada unidad condensadora se pueda aislar selectivamente de tanto la cámara de vacío (101) como de la bomba de vacío (207). De este modo se permite que una unidad condensadora (201a; 201b) se abra a la atmósfera para la extracción del efluente recogido y las operaciones de mantenimiento, mientras la otra está sometida al vacío, conectada con la cámara de vacío (101), y condensando el efluente.
2. Sistema (200) según la reivindicación 1, compuesto además de un mecanismo de calentamiento (202a; 202b; 503) para calentar la unidad condensadora (201a; 201b) para facilitar la recogida del efluente de la unidad condensadora (201a; 201b).
3. Sistema (200) según la reivindicación 2, en el que el mecanismo de calentamiento (202a; 202b; 503) se controla desde la estación de control de programación (211).
4. Sistema (200) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que el mecanismo de calentamiento (202a; 202b; 503) tiene acceso a dos medios de transferencia, uno para subenfriar la unidad condensadora (201a; 201b), y otro para suministrar calor a la unidad condensadora (201a; 201b).
5. Sistema (200) según la reivindicación 4, en el que los medios de transferencia incluyen nitrógeno líquido, una solución de amoníaco o freones para el enfriamiento y propileno, lexol, glicol o glicerina para el calentamiento.
6. Sistema (200) según una de las reivindicaciones 1 a 5 en el que cada uno de los depósitos de recuperación (209a; 209b) tiene un recipiente secundario conectado con el mismo para almacenar el efluente, estando aislado dicho recipiente contra la congelación durante el proceso de congelación.
7. Sistema (200) según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6 en el que el mecanismo de calentamiento es un generador de vapor (503) conectado con la unidad condensadora (201a; 201b).
8. Sistema (200) según la reivindicación 7 que incluye además un filtro de compresión (502) para separar el agua de los otros componentes para la generación de vapor.
9. Sistema (200) de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, caracterizado en que los cristales de hielo que representan el efluente extraído del producto que se está secando se recogen en una unidad condensadora seleccionada (201a; 201b) al final de una serie de liofilización y se calientan por el generador de vapor (503) mediante la inyección de vapor, derritiendo el hielo, que cae hasta el depósito de recuperación asociado (209a; 209b) donde se bombea del depósito (209a; 209b).
10. Método de recuperar efluente de un sistema de liofilización (200), compuesto por los siguientes pasos: a) conexión de una única cámara de vacío (101) individualmente con una primera unidad condensadora (201a) y con una segunda unidad condensadora (201b) a través de una primera válvula de vacío (204a) y una segunda válvula de vacío (204b); b) conexión de la primera unidad condensadora (201a) con una bomba de vacío (207) a través de una tercera válvula de vacío (205a) y conexión de la segunda unidad condensadora (201b) con la bomba de vacío (207) a través de una cuarta válvula de vacío (205b); c) accionamiento de las cuatro válvulas de vacío (204a, 204b, 205a, 205b) selectivamente por una estación de control de programación (211) de modo que dichas unidades condensadoras (201a; 201b) puedan conectarse por separado con la cámara de vacío (101) y con la bomba de vacío (207), y para que cada una de las mismas se pueda aislar selectivamente de tanto la cámara de vacío (101) como de la bomba de vacío (207), permitiendo que una unidad condensadora (201a; 201b) se abra a la atmósfera para la eliminación del efluente recogido y las operaciones de mantenimiento, mientras la otra está sometida al vacío, conectada con la cámara de vacío (101), y condensando el efluente.
11. Método de acuerdo con la reivindicación 10 en el que en el paso c) la recogida se facilita mediante un mecanismo de calentamiento (202a; 202b; 503) utilizado para calentar la unidad condensadora (201a; 201b).
12. Método de acuerdo con la reivindicación 11 en el que se disponen dos mecanismos de calentamiento (202a; 202b), uno para cada unidad condensadora (201a; 201b).

- 5 **13.** Método de acuerdo con la reivindicación 11 o 12 en el que el mecanismo de calentamiento (202a; 202b; 503) tiene acceso a dos medios de transferencia, uno para subenfriar la unidad condensadora (201a; 201b), y otro para suministrar calor a la unidad condensadora (201a; 201b).
- 5 **14.** Método de acuerdo con la reivindicación 13 en el que los medios de transferencia incluyen nitrógeno líquido, una solución de amoníaco, o freones para enfriar y propileno, lexol, glicol o glicerina para calentar.
- 10 **15.** Método de acuerdo con alguna de las reivindicaciones 10 a 14 en el que, en el paso a). los depósitos de recuperación (209a; 209b) tienen cada uno un recipiente secundario conectado con los mismos para almacenar el efluente, estando aislado dicho recipiente contra la congelación.
- 15 **16.** Método de acuerdo con alguna de las reivindicaciones 11 a 14 en el que en el paso c) se realiza el calentamiento mediante un mecanismo de suministro de calor en forma de un generador de vapor (503) conectado con al menos una unidad condensadora (201a;201b).
- 15 **17.** Método de acuerdo con la reivindicación 16 que incluye además el paso de separación del agua de los otros componentes para la generación de vapor mediante un filtro de compresión (502).

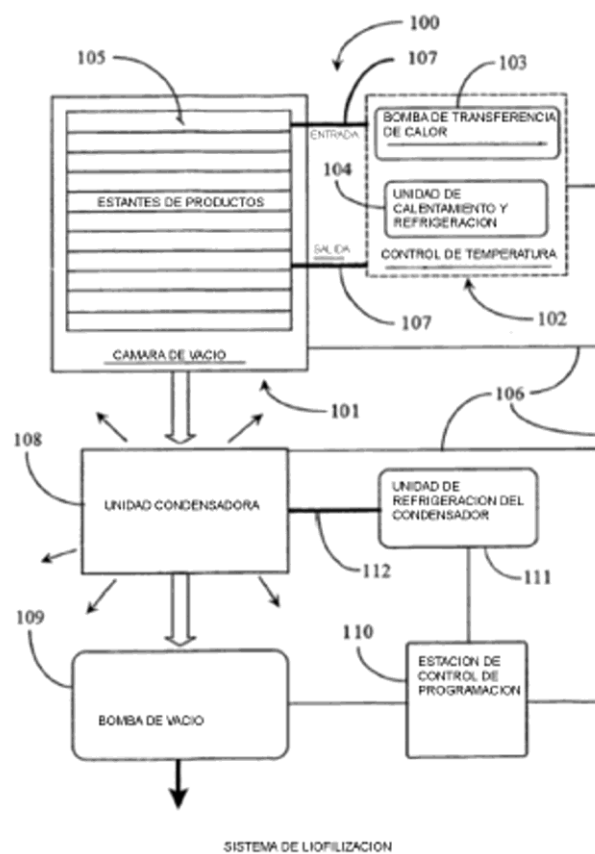
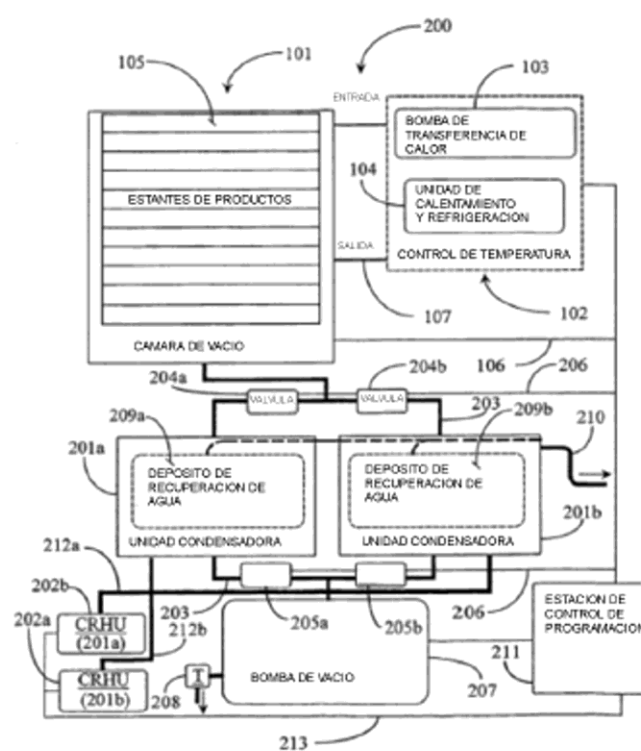


FIG. 1



SISTEMA DE RECUPERACION DE AGUA DURANTE LA LIOFILIZACION

Fig.2

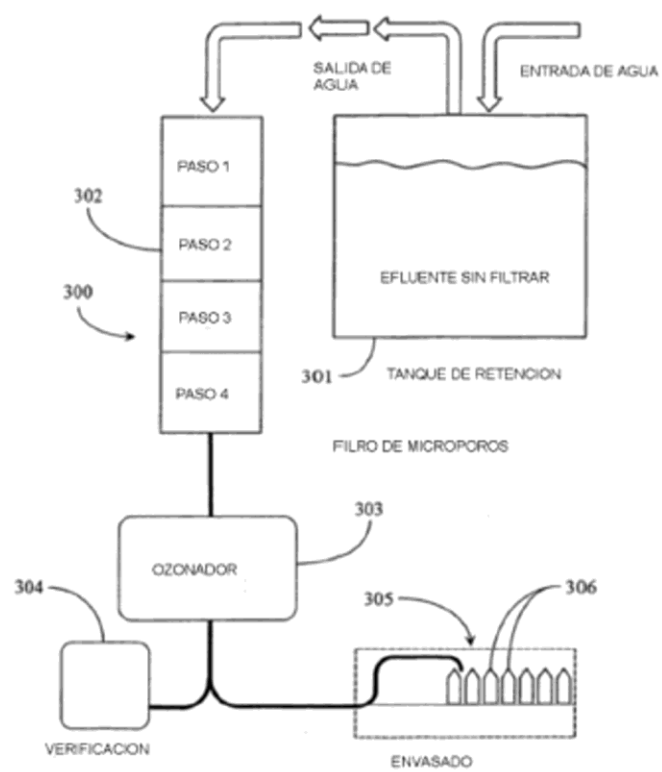


Fig. 3

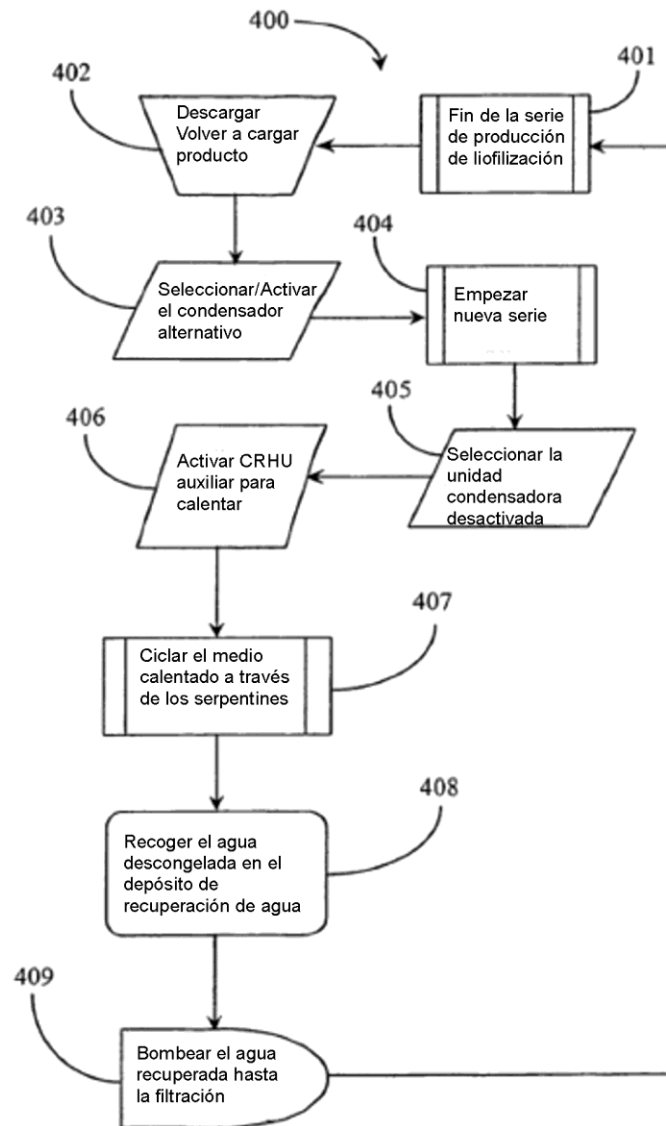
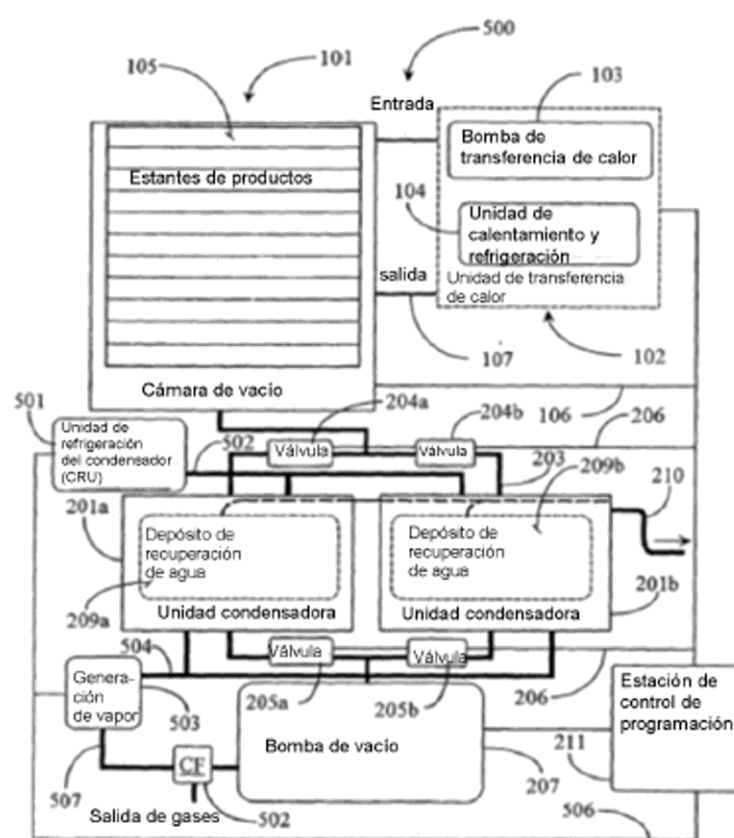


Fig. 4



Sistema de liofilización con recuperación de agua

Fig. 5

