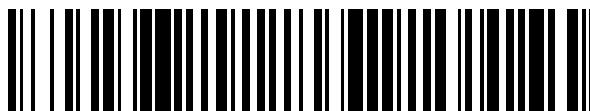


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 400 378**

51 Int. Cl.:

B01J 20/34 (2006.01)
B01J 20/26 (2006.01)
B01D 37/02 (2006.01)
B01D 39/04 (2006.01)
B01D 41/02 (2006.01)
C12H 1/056 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.09.2007 E 07820667 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2013 EP 2077913**

54 Título: **Procedimiento para la regeneración de un auxiliar de filtración**

30 Prioridad:

29.09.2006 EP 06121563
25.05.2007 EP 07108932

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

09.04.2013

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen , DE

72 Inventor/es:

MEFFERT, HELMUT;
PIEROBON, MARIANNA;
PETSCH, TOBIAS;
BRODERSEN, JULIA;
FEISE, HERMANN JOSEF;
ERK, ATES;
KRESS, JÖRG;
MAR, RALF y
BAYER, ROBERT

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 400 378 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

Procedimiento para la regeneración de un auxiliar de filtración

5 La presente invención hace referencia a un procedimiento para la regeneración de un auxiliar de filtración, que representa un coextrusionado de una polivinilpirrolidona insoluble en agua y un polímero termoplástico, mediante tratamiento con lejía acuosa y empleando enzimas. Se muestran además los productos regenerados, obtenidos con la ayuda del procedimiento conforme a la invención, así como su uso en la filtración de la cerveza.

10 Se entiende por auxiliares de filtración aquellos aditivos que se utilizan en los procesos de separación sólido-líquido, para garantizar, mediante la formación de una capa porosa de masa filtrante sobre tamices, sobre el propio medio filtrante, y/o mediante la integración en el soporte de la torta de filtración, una separación de los sólidos con, de forma simultánea, suficiente penetrabilidad de la torta de filtración resultante.

Como auxiliar de filtración se emplean tanto sustancias inorgánicas como, por ejemplo la tierra diatomácea o los óxidos de aluminio, como también polímeros sintéticos. El auxiliar de filtración que se emplee individualmente, dependerá también del ámbito de aplicación. La tierra diatomácea es uno de los auxiliares de filtración utilizados principalmente en la filtración de la cerveza.

15 Por motivos de coste, es favorable que el auxiliar de filtración sea regenerable. Es especialmente beneficiosa una regeneración en varios ciclos.

En la patente WO 02/32544 se describen coextrusionados de poliestireno y polivinilpirrolidona insoluble en agua y su uso como auxiliar de filtración regenerable, aunque indicándose la regenerabilidad sólo de manera completamente general.

20 En la patente WO 03/084639 se describen coextrusionados de termoplásticos poliméricos, excepto el poliestireno, y polivinilpirrolidona insoluble en agua, y su uso como auxiliar de filtración regenerable, aunque indicándose la regenerabilidad sólo de manera general.

25 En la patente WO 92/11085 se describen auxiliares de filtración a base de aglomerados de polivinilpirrolidona reticulada y termoplásticos poliméricos fibrosos, como por ejemplo los polietilenos o las poliamidas, y su uso como auxiliar de filtración. Se indica, en general, que los auxiliares de filtración sean regenerables.

Gracias a la patente EP-A 611249 se describe un procedimiento para la regeneración de un auxiliar de filtración mediante adición de enzimas. Concretamente, sólo se describe el tratamiento de tierra diatomácea.

En la patente EP-A 253 233 se describe la regeneración de tierra diatomácea con hidróxido sódico.

30 En la patente DE 19625481 se describe la regeneración de tierra diatomácea en presencia de tensoactivos no iónicos.

En la patente DE 196 52 499 se describe la regeneración de auxiliares de filtración de tierra diatomácea, tratándose los auxiliares de filtración en primer lugar con disoluciones enzimáticas, y posteriormente sólo con bases débiles, seguidas de ácidos débiles y, en último lugar, con un agente oxidante.

35 En la patente WO 03/008067 se describe la regeneración de auxiliares de filtración, llevándose a cabo en la torta de filtración en estado intacto, en primer lugar un lavado con lejía y, a continuación, una neutralización del valor del pH mediante lavado con ácido. Gracias a la patente WO 96/3549 y/o la US 6117459 se conoce la regeneración de auxiliares de filtración de polímeros sintéticos mediante lavado con hidróxido sódico y lavado con un compuesto enzimático, efectuándose el tratamiento in situ en el dispositivo de filtrado sobre la torta de filtración en estado intacto. Se describe, además, en especial la regeneración de un auxiliar de filtración de poliamida.

40 Se ha demostrado, sin embargo, que los procedimientos conocidos hasta ahora para los auxiliares de filtración a tratar conforme a la invención, no proporcionan ningún resultado satisfactorio. Con la ayuda de estos procedimientos no es posible ninguna regeneración exitosa del coextrusionado en varios ciclos, y no se conservan las buenas propiedades filtrantes del auxiliar de filtración nuevo, en lo que a aumento de presión durante la filtración y a resistencias de filtrado y lavado en el producto regenerado se refiere.

45 Convencionalmente, se consideran como no aceptables las resistencias de filtrado y de lavado, que, dependiendo del ámbito técnico de aplicación y de los auxiliares de filtración, superen un determinado valor en la práctica, ya que de lo contrario se producirían ratios de aumento de la presión demasiado altos durante la filtración de la cerveza, lo que tendría como consecuencia tiempos de filtración cortos e improductivos. Las resistencias de filtrado y lavado

para el auxiliar de filtración a tratar conforme a la invención no deberían superar, en lo posible, por ejemplo, un valor de 10×10^{12} mPas/m² en la filtración de la cerveza.

5 Como resistencia de filtrado se designa el producto de la viscosidad del fluido y la resistencia al flujo durante la construcción de la torta de filtración; como resistencia de lavado, se designa el producto de la viscosidad del fluido y la resistencia al flujo durante el paso a través de la torta de filtración ya formada. La determinación de los correspondientes valores de medida es conocida para el experto y se describe en detalle en la norma VDI 2762.

10 El objeto de la invención era obtener un procedimiento para la regeneración del auxiliar de filtración antes indicado, que posibilite la aplicación en múltiples ocasiones del auxiliar de filtración a valores rentables de producción del producto filtrado y tiempo útil de filtrado, y con suficiente efecto de aclarado, así como la preparación de un producto regenerado correspondiente. Existía además el problema de obtener un procedimiento en el que no se produjera la descomposición de los componentes poliméricos.

15 Conforme a esto, se ha obtenido un procedimiento para la regeneración de un auxiliar de filtración que representa un coextrusionado de una polivinilpirrolidona insoluble en agua y un termoplástico polimérico, mediante tratamiento con lejía acuosa y con enzimas, caracterizado porque primero se somete al auxiliar de filtración a un tratamiento con lejía acuosa, seguido de un tratamiento con una disolución enzimática, seguido de otro tratamiento con lejía acuosa y un tratamiento con un tensoactivo.

El procedimiento se realiza, de manera preferente, de forma que el tratamiento enzimático no se lleve a cabo in situ en la torta de filtración en estado intacto, sino que la torta de filtración se elimine mediante la destrucción del conjunto de partículas y se trate fuera del dispositivo de filtrado.

20 Se denomina dispositivo de filtrado, conforme a la invención, el recipiente resistente a la presión y el elemento filtrante ubicado en el mismo, en el cual se realiza la filtración. Como elementos filtrantes se pueden utilizar todos los dispositivos conocidos para ello, como por ejemplo las bujías filtrantes o los filtros de disco.

El procedimiento de regeneración conforme a la invención resulta apropiado, tal y como se describe, para auxiliares de filtración obtenidos como coextrusionados de polivinilpirrolidona insoluble en agua y un termoplástico polimérico.

25 Como coextrusionados se designan las mezclas de polímeros químicamente diferentes, obtenidos mediante procesamiento común de los componentes individuales en la extrusora, no pudiéndose dividir los coextrusionados por métodos físicos en los componentes individuales. En el caso de la presente invención, los coextrusionados consisten, de manera preferente, en un componente termoplástico de poliestireno y una polivinilpirrolidona no-termoplástica reticulada insoluble en agua. En la coextrusión se dispersa el componente de polivinilpirrolidona en el termoplástico fundido. Además del poliestireno, son adecuados como termoplástico, por ejemplo, el polietileno, el polipropileno o las poliamidas.

30

35 Como componente de poliestireno entran en consideración todos los tipos de poliestireno convencionales, como el poliestireno estándar, poliestireno modificado de manera resistente al impacto (tipos SB-), como los copolímeros de estireno y butadieno o poliestireno modificado de manera altamente resistente al impacto (tipos HIPS-), por ejemplo poliestireno modificado con caucho de polibutadieno o de estireno-butadieno. Estos poliestirenos se comercializan, por ejemplo, como PS 158 k, PS 486 M o Styrolux® (Fab. BASF) o Empera 153F (Fab. Nova innovene) o Edistir® N2987, Edistir® N1782 (Fab. Polimeri Europa). Puede utilizarse además poliestireno aniónicamente polimerizado.

40 Conforme a la invención, los coextrusionados contienen, además del componente de poliestireno, como segundo componente polimérico, polímeros reticulados de polivinilpirrolidona insolubles en agua que no forman gel en caso de incorporación de agua, designados en la literatura también como los llamados polímeros Popcorn (compárese J.W. Anchonbach, *Chimia*, Vol. 21, pág. 449-488, 1976). En las farmacopeas como USP o F.Eur., estos polímeros se designan como crosprovidonas. Estos polímeros tienen una estructura porosa y son ricos en espacios huecos. Los polímeros, tal y como se ha indicado, no forman geles tampoco en caso de incorporación de agua. El volumen de hinchamiento de estos polímeros en agua a 20 °C se encuentra, de manera convencional, en el rango de 2 a 10 l/kg, preferentemente a de 4 a 8 l/kg. Estas crosprovidonas se comercializan, por ejemplo, como tipos Divergan® del Fab. BASF o como tipos Polyplasdne® del Fab. ISP.

45

Los coextrusionados pueden contener del 95 al 20, preferentemente del 75 al 60 % en peso de poliestireno y del 5 al 80, preferentemente del 25 al 40 % en peso de crosprovidona, en relación al peso total del coextrusionado.

50 La elaboración de los coextrusionados a tratar conforme a la invención es conocida y se describe a modo de ejemplo en la WO 02/32544 o la WO 03/084639.

Los coextrusionados se ajustan para su aplicación como auxiliares de filtración, convencionalmente, mediante procesos de molienda a tamaños medios de grano de 20 a 100 mm. También pueden emplearse mezclas de coextrusionados molidos con diversas distribuciones del tamaño de grano.

5 Como polivinilpirrolidona insoluble en agua entra particularmente en consideración un homopolímero reticulado de la N-vinilpirrolidona, denominado también como crosprovidona. Estos productos se comercializan.

Como polímeros termoplásticos son adecuados, por ejemplo, los tipos de poliestireno, poliamidas, poliolefinas como polietileno o polipropileno. Como polímero termoplástico se emplea, de manera preferente, poliestireno.

10 El procedimiento conforme a la invención se ejecuta de forma que el auxiliar de filtración cargado con impurezas se someta primero a un tratamiento con una lejía acuosa. Como lejía acuosa son adecuados sobre los hidróxidos sódico o cálcico, de manera especialmente preferente el hidróxido sódico. La concentración se encuentra habitualmente en un rango del 0.5 al 5 %, particularmente del 1 al 5 % en peso, de manera especialmente preferente del 2 al 3.5 % en peso de sólidos base/l. El tiempo de tratamiento se rige por la cantidad de auxiliar de filtración a tratar. El tiempo de tratamiento se encuentra normalmente en un rango de 15 a 180 minutos, preferentemente de 45 a 120 minutos.

15 A continuación del tratamiento con la lejía acuosa se lleva a cabo un tratamiento enzimático del auxiliar de filtración. Puede recomendarse también realizar, entre el primer paso de tratamiento con una lejía y el tratamiento enzimático, un paso de lavado con agua fría o caliente o un ácido apropiado. Son ácidos apropiados los ácidos minerales, como por ejemplo los ácidos clorhídrico, nítrico o fosfórico o también los ácidos orgánicos como el cítrico, láctico y carbónico. Conforme a un modo de ejecución preferente de la invención, es obligatorio un paso de lavado.

20 Antes del tratamiento con una enzima, se ajusta el valor del pH habitualmente a valores < pH 7, preferentemente a pH de 3,5 a 5,5. El ajuste del valor del pH puede realizarse, por ejemplo, con ácidos minerales como los ácidos fosfórico o nítrico, sulfúrico o, en el caso de los aparatos de vidrio, también con ácido clorhídrico. Son adecuados además los ácidos cítrico o láctico.

25 Como enzima son adecuadas, fundamentalmente, las proteasas, glucosidasas, amilasas o pectinasas y todas las demás enzimas capaces de lisar las células de levadura, o también las mezclas de enzimas. Estas enzimas y/o mezclas de enzimas se comercializan.

Como enzima son adecuadas, de manera preferente, las glucanasas, de manera especialmente preferente las β -1,3-glucanasas. Además de una actividad de β -glucanasas, en la disolución enzimática empleada conforme a la invención puede haber también otras actividades enzimáticas.

30 Las enzimas se utilizan convencionalmente en forma de disoluciones acuosas.

35 La cantidad apropiada de enzima se rige por la actividad de la respectiva enzima y la carga de impurezas del material no-filtrado y de la torta de filtración. El experto puede efectuar la determinación de la actividad mediante algunos ensayos simples, mientras investiga qué cantidad de enzimas precisa para lisar un número predefinido de células de levadura. Después, puede realizarse la dosificación en función de la turbidez o la carga con células de levadura y del volumen a filtrar del material no-filtrado.

El tratamiento enzimático puede realizarse a 25 - 80 °C, preferentemente a 35 - 60 °C, de manera especialmente preferente a 40 - 50 °C. La duración se rige por la cantidad de auxiliar de filtración y la carga con células de levadura. La duración se encuentra habitualmente en un rango de 30 a 300 minutos, preferentemente de 100 a 180 minutos.

40 La determinación de unidades activas puede realizarse tal y como se describe a continuación: Una unidad activa U (Unidades) se define, conforme a la invención, como la disminución de la extinción a 800 nm alrededor de 0.04/min en un ensayo enzimático a pH 4,0 y 45 °C durante los primeros 10 min. En este ensayo puede utilizarse como sustrato levadura de cerveza con $1\text{-}3 \times 10^7$ células/ml, tratadas previamente con hidróxido sódico.

45 Respecto al valor de EBC del material no-filtrado a 25 °C, así como al volumen filtrado y a las unidades activas como las antes descritas, se recomienda una dosificación de 0.2 U/ (EBC x hL) a 12 U/ (EBC x hL), preferentemente de 1 a 5 U/ (EBC x hL). (EBC: European Brewery Convention; Ensayo Estándar para la Determinación de los Valores de Turbidez.)

50 Respecto al número de células de levadura en la torta de filtración a regenerar se recomienda una dosificación de 3 a $170 \text{ U/ } 10^{10}$ células de levadura, preferentemente de 5 a $85 \text{ U/ } 10^{10}$ células de levadura, particularmente de 5 a $20 \text{ U/ } 10^{10}$ células de levadura. A continuación del tratamiento enzimático, se lleva a cabo un segundo paso de tratamiento con una lejía acuosa en las condiciones descritas para el primer paso de tratamiento con una lejía. Entre

el tratamiento enzimático y el tratamiento con lejía puede realizarse, si se desea, un nuevo paso de lavado con agua fría o caliente.

5 El auxiliar de filtración se trata también con una disolución o dispersión acuosas de tensoactivo. La concentración de tensoactivo, en relación al peso total de la disolución, puede alcanzar del 0.01 al 4 % en peso, preferentemente del 0.01 al 1.5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0.1 al 0.75 % en peso. Como tensoactivos son adecuados tanto los aniónicos como los no-iónicos. También se pueden usar mezclas de tensoactivos.

10 Pueden ser tensoactivos iónicos apropiados: sulfatos de alcohol graso como el dodecilsulfato sódico o amónico, sulfatos de éster de alcohol graso, sulfoacetatos alquílicos, ésteres de ácido fosfórico de alcohol graso, fosfatos de éster de alcohol graso, ésteres de ácido fosfórico de alcohol como el fosfato triisobutílico, ésteres mono o dialquílicos del ácido sulfosuccínico como el sulfosuccinato dioctilsódico, sulfonatos alquílicos, sulfonatos alquilbencénicos como el ácido dodecylbencenosulfónico.

15 Como tensoactivos no-iónicos entran en consideración: los etoxilatos de alcohol graso, como por ejemplo, un alcohol graso C₁₃- con 6 unidades de EO, etoxilatos de alquilfenol, ésteres de ácido graso de polioxietileno, etoxilatos de polipropilenglicol, mono- y diglicéridos de ácido graso así como los correspondientes etoxilatos, ésteres parciales glicólicos de ácido graso, ésteres de ácido graso de sorbitán o ésteres de ácido graso de sorbitán de polioxietileno.

El tratamiento con el tensoactivo puede realizarse al mismo tiempo que el segundo paso de tratamiento con lejía acuosa o en un paso de tratamiento posterior. El tratamiento con tensoactivo puede realizarse también antes del segundo paso de tratamiento con lejía acuosa.

El tratamiento con tensoactivo acuoso representa una variante del procedimiento preferente.

20 A este paso de tratamiento puede seguirle otro paso de lavado con agua fría o caliente.

25 El procedimiento conforme a la invención se ejecuta conforme a un modo de ejecución, de forma que el paso del tratamiento enzimático no se lleve a cabo en una torta de filtración en estado intacto y/o una capa de masa filtrante sobre tamices, sino en un dispositivo separado. Este dispositivo separado puede ser, por ejemplo, una caldera o cualquier otro recipiente apropiado, y está provisto preferentemente de un mecanismo agitador. Sin embargo, el tratamiento puede realizarse también, si fuera necesario, sobre el filtro.

30 El primer paso de tratamiento con lejía acuosa puede realizarse, conforme a una variante del procedimiento, en la torta de filtración en estado intacto. Antes del tratamiento enzimático se extrae el auxiliar de filtración del elemento filtrante; después se saca del dispositivo de filtrado con descomposición del conjunto de partículas en la torta de filtración, y se trata en un dispositivo separado. El tratamiento enzimático se lleva a cabo en una suspensión o lechada acuosa del auxiliar de filtración, habitualmente con un contenido en sólidos del 5 al 25 % en peso.

Conforme a otra variante del procedimiento, el primer tratamiento con lejía acuosa puede efectuarse también en una torta de filtración retirada del dispositivo de filtrado, cuyo conjunto de partículas se haya desintegrado, y que se encuentre como lechada o suspensión acuosa.

35 Tras el tratamiento enzimático puede realizarse el segundo paso de tratamiento con lejía acuosa, si fuera necesario en presencia de tensoactivos, asimismo en la lechada o suspensión acuosa del auxiliar de filtración. Conforme a una variante del procedimiento, se tamiza el auxiliar de filtración previamente en un filtro apropiado y se somete a la nueva torta de filtración formada a los demás pasos de tratamiento.

40 Los pasos de regeneración, efectuados mediante penetración en la torta de filtración en estado intacto, se pueden realizar a diferencias totales de presión entre la cara de entrada y la cara de filtrado del filtro, que, por una parte, posibiliten una penetración de la torta de filtración y, por otra, no superen la resistencia a la presión de la carcasa del filtro. Esta diferencia de presiones se encuentra convencionalmente entre 1 kPa y 800 kPa.

El tratamiento enzimático, así como, si fuera necesario, el primer y/o el segundo paso de tratamiento con una lejía y el tratamiento con tensoactivo se realizan en el dispositivo separado, convencionalmente a presión atmosférica. También es concebible que por lo menos uno de los pasos se ejecute a sobrepresión.

45 La temperatura de las lejías acuosas utilizadas para la regeneración, así como de los tensoactivos acuosos, puede encontrarse en un rango de 5 a 95 °C, preferentemente de 45 a 95 °C.

El auxiliar de filtración totalmente regenerado puede permanecer en el dispositivo de filtrado y utilizarse inmediatamente para la filtración. También puede extraerse del dispositivo y almacenarse tras secarlo.

Con la ayuda del procedimiento conforme a la invención, es posible una regeneración exitosa del coextrusionado en varios ciclos, conservándose sustancialmente las buenas propiedades filtrantes del auxiliar de filtración fresco en lo que se refiere al aumento de presión durante la filtración, así como a las resistencias de filtrado y lavado en el producto regenerado.

- 5 El experto puede, dependiendo del tipo de cerveza y la carga de levadura, añadir el auxiliar de filtración fresco para el tamizado previo o dosificación.

El procedimiento conforme a la invención resulta apropiado para la regeneración de auxiliares de filtración para cualquier tipo de filtro con masa filtrante sobre tamices, con una capa de masa filtrante sobre tamices depositada sobre elementos filtrantes.

- 10 El procedimiento de regeneración conforme a la invención resulta particularmente apropiado para su empleo en la filtración de la cerveza.

- Una característica principal de evaluación de la regeneración es el aumento temporal de la presión (diferencia de presiones entre la cara de entrada y la cara de filtrado del filtro) en la filtración de la cerveza siguiente a la regeneración. Un aumento de presión demasiado alto, o un aumento de la velocidad de aumento de la presión, de ensayo a ensayo indican una regeneración incompleta del auxiliar de filtración. Una velocidad aproximadamente constante de aumento de la presión de ensayo a ensayo, que se encuentre en el rango de la del producto fresco, indicaría una regeneración completa. La carga de turbidez en el material no-filtrado fluctúa habitualmente y tiene una considerable influencia sobre la velocidad de aumento de la presión. Esta influencia puede eliminarse aproximadamente mediante normalización de la diferencia de presiones, con la ayuda de la respectiva turbidez del material no-filtrado (25°- EBC) (asimismo normalizada a un valor estándar). El cálculo de la presión normalizada por la turbidez se lleva a cabo además mediante división de la presión medida con el cociente de la turbidez real del material no-filtrado y una turbidez estándar de 30 EBC (25°-EBC).

- Otro criterio de evaluación del éxito de la regeneración es la resistencia de filtrado y/o de lavado del producto regenerado. Si estos valores son significativamente altos en comparación con el producto fresco y muestran un aumento de ciclo a ciclo, se deduce asimismo una regeneración incompleta.

Ejemplos

- En los siguientes ejemplos se empleó como auxiliar de filtración un coextrusionado de un 70 % en peso de poliestireno PS 158K y un 30 % en peso de crospovidona, en relación a la cantidad total de coextrusionado. Se utilizó una mezcla de dos fracciones de molienda con tamaños medios de partícula D [0,5] de 54 µm (45 % en peso) y D [0,5] = 28 µm (55 % en peso).

Para el tratamiento enzimático se empleó una disolución acuosa de una 1,3-β-glucanasa (Filtro Trenolin DF, Fab. Erbslöh). La filtración de la cerveza se llevó a cabo con cerveza que presenta turbidez en filtración con masa filtrante sobre tamices mediante un filtro de bujía piloto (ancho de abertura 70 µm, superficie filtrante 0,032 m², carga 15 l/h).

La determinación de las resistencias de filtrado se llevó a cabo conforme a la norma VDI 2762.

- 35 **Ejemplo 1 (ejemplo comparativo): ensayo en serie con 4 ciclos de filtración y regeneración; ejemplo de regeneración incompleta.**

Condiciones de regeneración

- Primero se eliminó el volumen residual de cerveza en el dispositivo con agua potable fría. La regeneración se llevó a cabo mediante 15 min de lavado con agua caliente (85°C), seguido de 15 min de lavado con NaOH acuosa al 3 % en peso (85°C), y un nuevo lavado con agua caliente (15 min, 85°C). Todos los lavados se realizaron sobre la torta de filtración aún en estado intacto.

Curvas de aumento de la presión: (véase la figura 1)

Fig. 1: Diferencia de Presiones Normalizada por la Turbidez en función del Tiempo de Filtrado (Normalización a 30 EBC (25°)); Números de Ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4

- 45 Ha de reconocerse, que el gradiente de las curvas de presión aumenta de ciclo a ciclo y se miden diferencias de presión claramente mayores que en el caso del producto fresco.

Resistencias de filtrado de los productos regenerados: (véase la figura 2)

Fig. 2: Resistencias de Filtrado en función del Número de Regeneraciones

La resistencia de filtrado del producto regenerado aumenta tras cada regeneración, lo que apunta a la acumulación de biomasa en el producto regenerado.

Ejemplo 2: Ensayo en serie con 10 ciclos de filtración y regeneración, ejemplo de regeneración exitosa

5 Condiciones de regeneración

Tras la conclusión de la filtración de la cerveza se llevó a cabo un enjuague del volumen residual de cerveza en el dispositivo con agua potable fría. A continuación, se efectuó un lavado con agua caliente mediante lavado con agua potable (85°C) de la torta de filtración en estado intacto presente aún sobre el filtro durante un período de 15 min., a una carga de 30 l/h. A continuación, se llevó a cabo un lavado de la torta de filtración con NaOH acuosa al 2 % en peso (85°C) durante un período de 10 min., con vertido del líquido de enjuague, a continuación durante 50 min. asimismo con NaOH acuosa en circuito, en ambos casos a una carga de 15 l/h. Posteriormente se realizó un lavado con agua fría para eliminar el volumen residual de disolución de NaOH presente en el dispositivo y enfriamiento mediante lavado con agua potable fría (5-10°C), durante 15 min, a 30 l/h. Seguidamente, se llevó a cabo un tratamiento enzimático, templándose antes del tratamiento de la torta de filtración y transformándose en una caldera con agitador emplazada por fuera del dispositivo de filtrado. En la misma, se llevó a cabo un tratamiento con la disolución acuosa de la β -1,3-glucanasa a pH 5 y 47°C durante 120 min. La cantidad de enzima alcanzó 10,9 U/EBC x hL. Tras la conclusión del tratamiento enzimático se filtró el auxiliar de filtración mediante un dispositivo dosificador a una carga de 30 l/h de nuevo sobre la bujía filtrante. Posteriormente, se llevó a cabo un lavado de la torta de filtración obtenida de esta manera con una disolución acuosa que contenga NaOH y dodecilsulfato sódico (SDS) (NaOH al 1 % en peso, SDS al 2 % en peso), a una temperatura de la disolución de enjuague de 85°C, durante 15 min con vertido del fluido de enjuague, 10 min en circuito, a una carga de 15 l/h. A ello le sigue un lavado con agua caliente de la torta de filtración con agua potable a 85°C, durante 15 min, a una carga de 30 l/h y posteriormente un lavado con agua potable fría (5-10°C), durante 15 min, a 30 l/h.

Las curvas de aumento de la presión se extraen de la figura 3.

25 Fig. 3: Diferencia de Presiones Normalizada por la Turbidez en función del Tiempo de Filtrado (Normalización a 30 EBC (25°)); Números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, △- 5, □-6, ◇-7, +-8, O-9, ●-10

Las curvas individuales de aumento de la presión se encuentran en una banda en torno a aquélla de la filtración final con producto fresco y no muestran ningún aumento sistemático del gradiente.

Resistencias de filtrado y lavado de los productos regenerados:

30 Las resistencias de filtrado y lavado (véase la figura 4) presentan, sin embargo, fluctuaciones condicionadas por el ensayo, aunque ningún aumento continuo.

Fig. 4: Resistencias de Filtrado (gris) y Resistencias de Lavado (con rayas) en función del Número de Regeneraciones

35 **Ejemplo 3: ensayo en serie con 11 ciclos de filtración y regeneración, segundo ejemplo de condiciones de regeneración de una regeneración exitosa.**

La regeneración se llevó a cabo de forma análoga a la del ejemplo 2, aunque alcanzando la concentración enzimática, dependiendo del ciclo, 1,1 - 2,5 U/EBC x hL.

Las curvas de aumento de la presión se extraen de la figura 5.

40 Fig. 5: diferencia de presiones normalizada por la turbidez en función del tiempo de filtrado (Normalización a 30 EBC (25°)); Números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, △- 5, □-6, ◇-7, +-8, O-9, ●-10,--11

De nuevo, ha de reconocerse que no existe ningún aumento sistemático del gradiente de las curvas de presión. La dispersión de los datos de ensayo está condicionada, por un lado, por los diferentes grados de turbidez del material no-filtrado (la normalización lo evapora sólo parcialmente) y, por otro lado, por las distintas concentraciones enzimáticas utilizadas.

45 Resistencias de filtrado y lavado de los productos regenerados

Las resistencias de filtrado y lavado (véase la figura 6) muestran, en parte, aumentos en comparación con el producto fresco, pero ningún aumento continuo como en el ejemplo 1.

Fig. 6: Resistencias de Filtrado (gris) y Resistencias de Lavado (con rayas) en Función del Número de Regeneraciones

5 **Ejemplo 4:**

El procedimiento de los ensayos se llevó a cabo de manera considerablemente análoga a la del ejemplo 2, aunque con las siguientes diferencias: al principio de la regeneración se llevó a cabo un lavado con hidróxido sódico acuoso durante un período de 60 min, primero durante 15 min de manera considerablemente análoga a la del ejemplo 2, con vertido del fluido de enjuague, 45 min en circuito.

10 La cantidad de enzima utilizada alcanzó los 1,4 U/ (EBC x hL).

El tratamiento (duración: 25 min.) con una disolución acuosa, conteniendo un 1 % en peso de NaOH y un 0.5 % en peso de dodecilsulfato sódico, se realizó directamente tras el tratamiento enzimático fuera del dispositivo de filtrado en la caldera agitada. Tras este tratamiento se filtró el material en el filtro y se atravesó la torta de filtración durante 15 min. con agua caliente (85 °C) y, a continuación, durante 15 min. con agua fría (5-10 °C) a una carga de 30 l/h.

15 La evolución de la presión de la filtración se representa en la figura 7, las resistencias de filtrado y lavado en la figura 8.

Fig. 7: Diferencia de Presiones Normalizada por la Turbidez en función del Tiempo de Filtrado (Normalización a 30 EBC (25°)); Números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, Δ- 5, □-6, ◇-7, +-8,

20 Fig. 8: Resistencias de Filtrado (gris) y Resistencias de Lavado (con rayas) en función del Número de Regeneraciones

No existe una creciente monótona de las resistencias de filtrado y de lavado en función del número de ciclos de regeneración, lo que significa, que la regeneración fue un éxito.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Procedimiento para la regeneración de un auxiliar de filtración, que representa un coextrusionado de una polivinilpirrolidona insoluble en agua y un termoplástico, mediante tratamiento con lejía acuosa y con enzimas, **caracterizado porque** primero se somete al auxiliar de filtración a un primer tratamiento con lejía acuosa, a continuación se emprende un tratamiento con enzimas y posteriormente se efectúa un segundo tratamiento con lejía acuosa y se trata el auxiliar de filtración con un tensoactivo.
- 2.** Procedimiento acorde a la reivindicación 1, **caracterizado porque** como lejía acuosa se utiliza hidróxido sódico.
- 3.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** como enzimas se utilizan enzimas lisantes de las células de levadura.
- 10 **4.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** como enzimas se utilizan glucanasas.
- 5.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** como tensoactivos se utilizan tensoactivos aniónicos o no-iónicos.
- 15 **6.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** como tensoactivo se emplea dodecilsulfato sódico.
- 7.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** como tensoactivos se utilizan etoxilados de alcohol graso.
- 8.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** el coextrusionado contiene poliestireno como termoplástico.
- 20 **9.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** el tratamiento enzimático se lleva a cabo en una lechada o suspensión acuosa del auxiliar de filtración.
- 10.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el primer tratamiento con lejía acuosa se efectúa en una torta de filtración.
- 25 **11.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el primer tratamiento con lejía acuosa se realiza en una suspensión o lechada acuosa del auxiliar de filtración.
- 12.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** el segundo tratamiento con lejía acuosa tiene lugar en una suspensión o lechada acuosa del auxiliar de filtración.
- 13.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** el segundo tratamiento con lejía acuosa se lleva a cabo en una torta de filtración.
- 30 **14.** Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** el tratamiento con el tensoactivo se realiza simultáneamente al segundo paso de tratamiento con lejía.

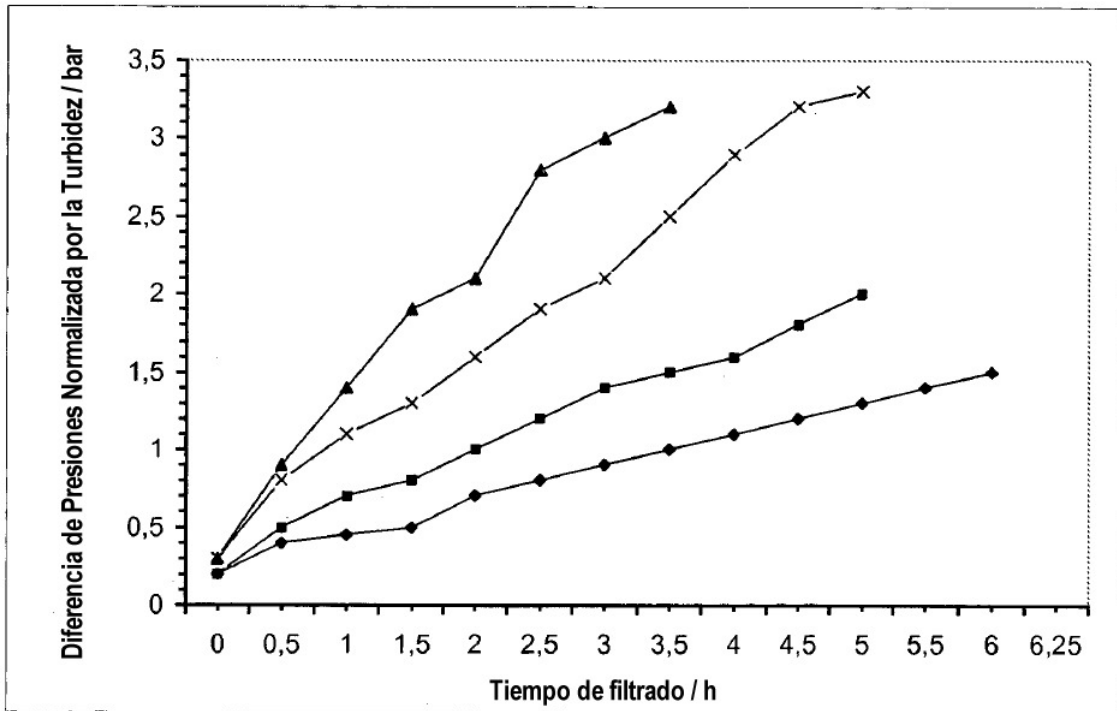


Fig. 1: Diferencia de Presiones Normalizada por la Turbidez en función del Tiempo de Filtrado (Normalización a 30 EBC (25°)); Números de Ciclo: ♦-1, ■-2, x-3, ▲-4

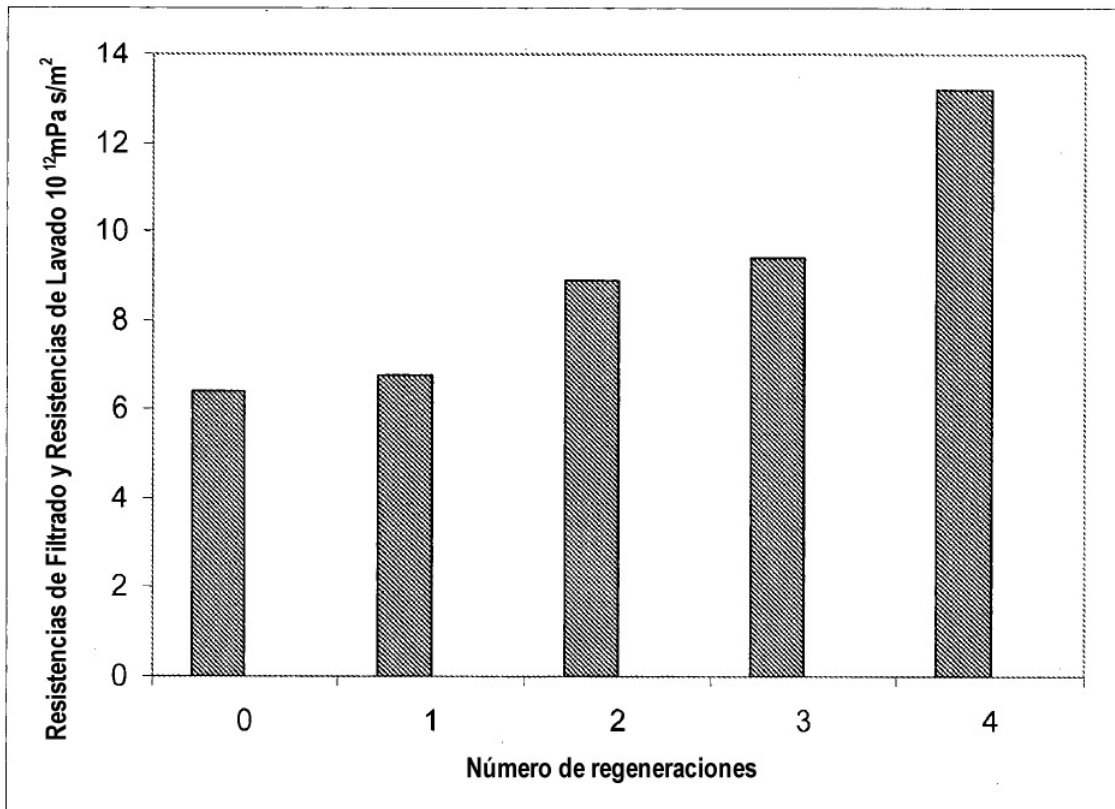


Fig. 2: Resistencias de Filtrado en función del Número de Regeneraciones

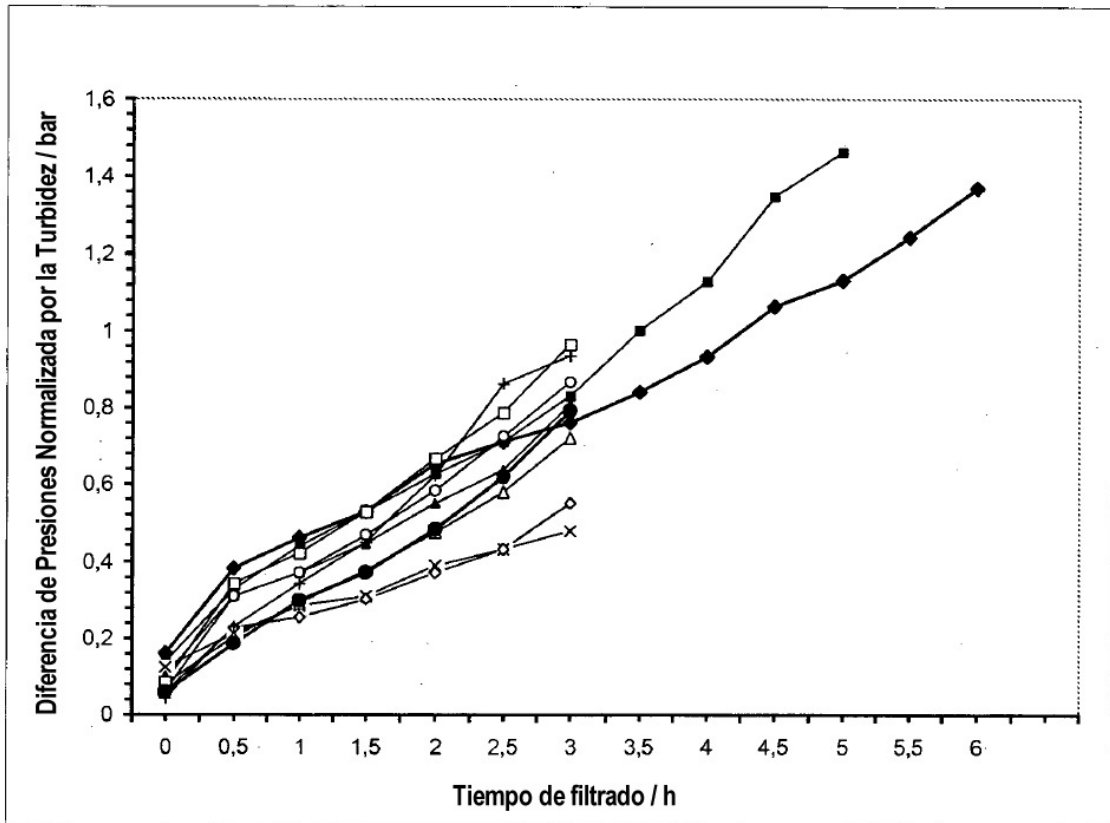


Fig. 3: Diferencia de Presiones Normalizada por la Turbidez en Función del Tiempo de Filtrado (Normalización a 30 EBC (25°)); Números de ciclo: ◆-1, ■-2, x-3, ▲-4, △-5, □-6, ◇-7, +-8, ○-9, ●-10

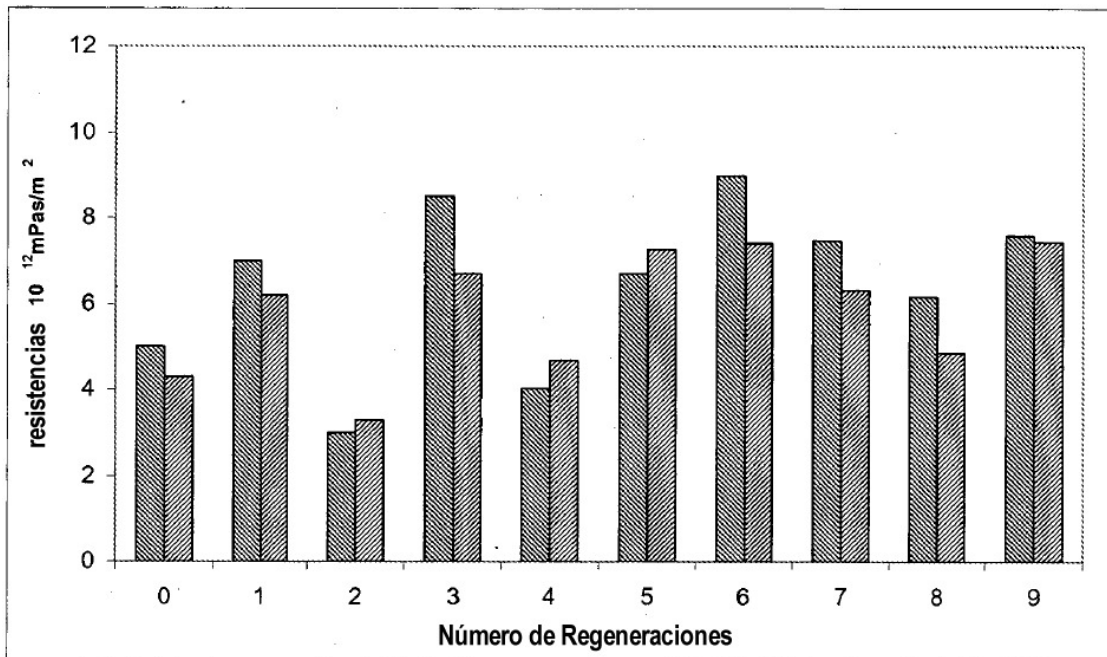


Fig. 4: Resistencias de Filtrado (gris) y Resistencias de Lavado (con rayas) como Función del Número de Regeneraciones

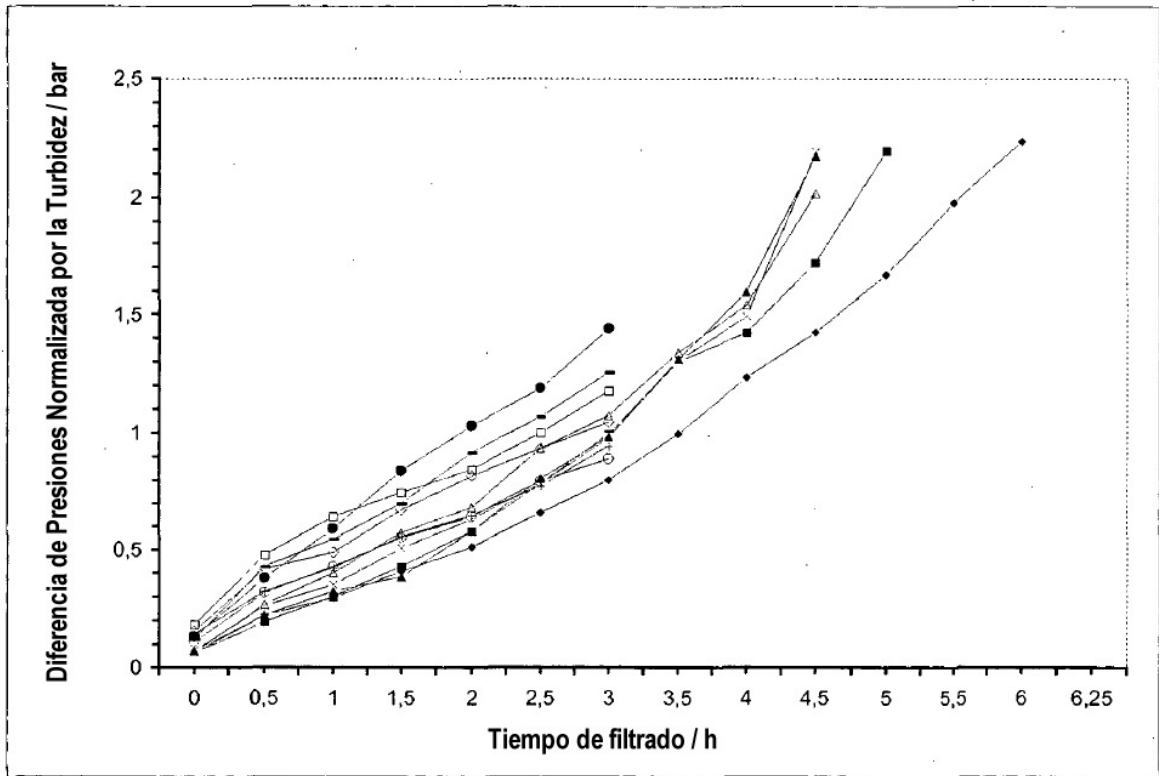


Fig. 5: diferencia de presiones normalizada por la turbidez en función del tiempo de filtrado (Normalización a 30 EBC (25°));
 Números de ciclo: ◆-1, ■-2, ×-3, ▲-4, △-5, □-6, ◇-7, +-8, ○-9, ●-10, ●-11

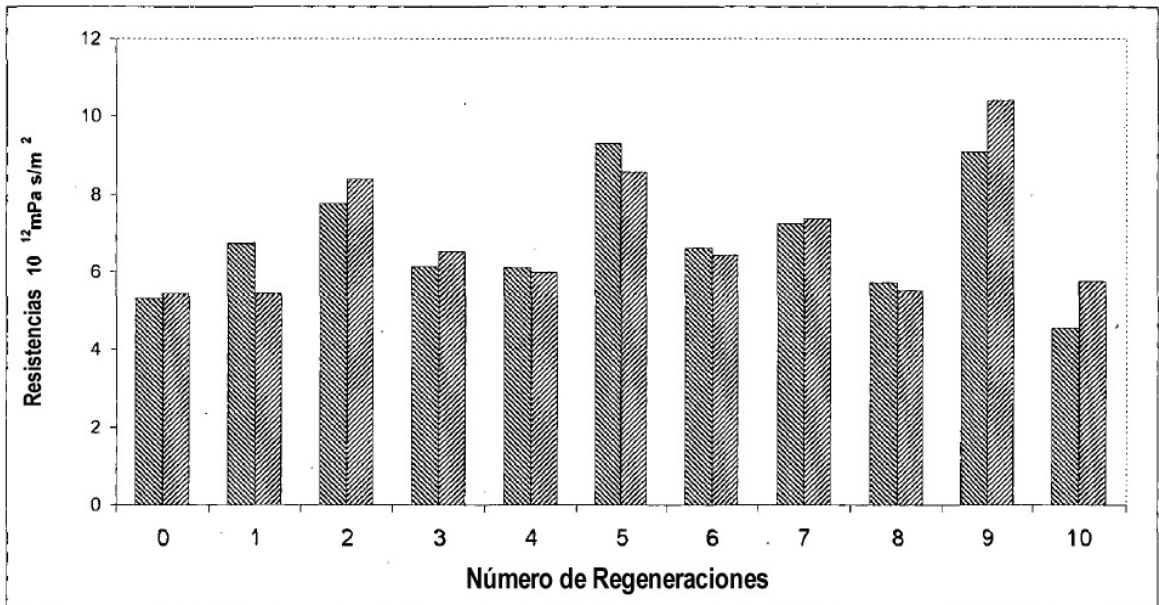


Fig. 6: Resistencias de Filtrado (gris) y Resistencias de Lavado (con rayas) en Función del Número de Regeneraciones

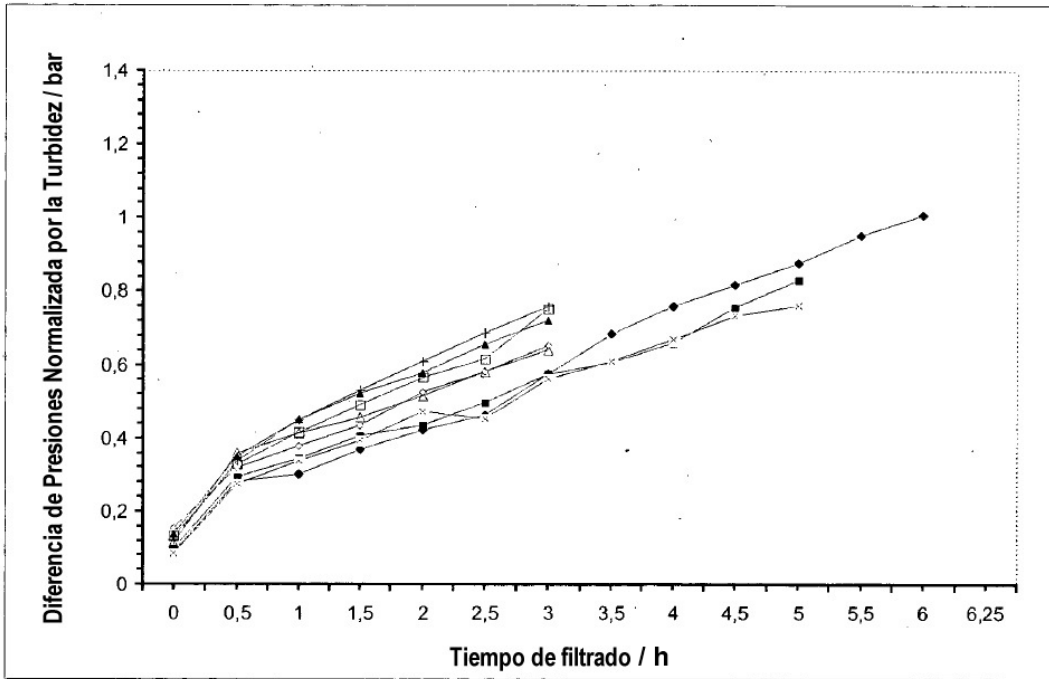


Fig. 7: Diferencia de Presiones Normalizada por la Turbidez en Función del Tiempo de Filtrado (Normalización a 30 EBC (25°));
 Números de ciclo: ◆-1, ■-2, ×-3, ▲-4, △-5, □-6, ◇-7, +-8

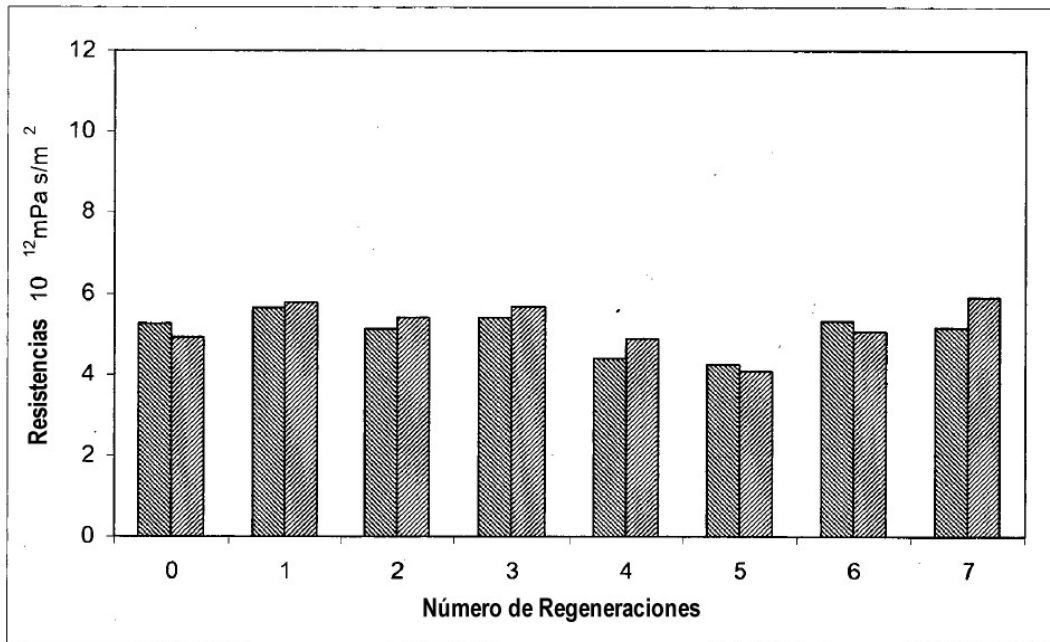


Fig. 8: Resistencias de Filtrado (gris) y Resistencias de Lavado (con rayas) como Función del Número de Regeneraciones