

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 676 628**

51 Int. Cl.:

B01J 20/34 (2006.01)

B01D 41/02 (2006.01)

C12H 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2008 PCT/EP2008/053129**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2008 WO08110632**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2008 E 08717868 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.04.2018 EP 2136913**

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

30 Prioridad:

15.03.2007 EP 07104260

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.07.2018

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 676 628 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 medio auxiliar de filtración

La presente invención se refiere a un procedimiento para la regeneración de medios auxiliares de filtración, que consisten o bien en medios auxiliares de filtración inorgánicos, naturales o bien semisintéticos, preferentemente tierra de diatomeas, perlita, óxido de aluminio, vidrio, granulados vegetales, fibras de madera y/o celulosa, mediante el tratamiento con lejía acuosa y utilizando enzimas y tensioactivos.

Por medios auxiliares de filtración se entienden aditivos que se utilizan en procesos de separación sólido-líquido, para, mediante la formación de una capa de recubrimiento previo porosa sobre el verdadero medio de filtración y/o mediante la incorporación en la estructura de torta de filtración, garantizar una separación de los sólidos con al mismo tiempo una capacidad de flujo a través suficiente de la torta de filtración que se produce.

Como medios auxiliares de filtración se utilizan tanto sustancias inorgánicas, como por ejemplo tierra de diatomeas, perlita u óxidos de aluminio, como polímeros sintéticos. Qué medios auxiliares de filtración se emplean en detalle depende también del campo de aplicación. Se denominan sustancias auxiliares de filtración semisintéticas en el sentido de la invención las sustancias naturales modificadas que se modificaron química o físicamente en sus propiedades, como por ejemplo celulosa modificada. En la filtración de cerveza, la tierra de diatomeas es uno de los medios de auxiliares de filtración usados más frecuentemente.

Por motivos económicos resulta ventajoso que el medio auxiliar de filtración pueda regenerarse. Resulta especialmente ventajosa una regeneración a través de varios ciclos de regeneración de filtración.

En el documento WO 02/32544 se describen productos coextruidos de poliestireno y polivinilpirrolidona insoluble en agua y su uso como medios auxiliares de filtración regenerables, mencionándose sin embargo la capacidad de regeneración solo de manera muy general.

En el documento WO 03/084639 se describen productos coextruidos de polímeros termoplásticos, excepto poliestireno y polivinilpirrolidona insoluble en agua, y su uso como medios auxiliares de filtración regenerables, mencionándose sin embargo la capacidad de regeneración solo de manera muy general.

En el documento WO 92/11085 se describen medios auxiliares de filtración a base de aglomerados de polivinilpirrolidona reticulada y polímeros termoplásticos fibrosos, como por ejemplo polietilenos o poliamidas, y su uso como medios auxiliares de filtración. Se indica de manera muy general, que los medios auxiliares de filtración son regenerables.

En el documento EP 611 249 se describe un procedimiento para la regeneración de un medio auxiliar de filtración mediante la adición de enzimas y sosa cáustica.

En el documento EP 253 233 se describe la regeneración de tierra de diatomeas únicamente por medio de sosa cáustica, con lo que no se destruyen los polisacáridos de los microorganismos (beta-glucanos).

En el documento DE 196 25 481 se describe la regeneración de tierra de diatomeas en presencia de una mezcla de tensioactivos no iónicos y aniónicos y enzimas proteolíticas.

En el documento DE 196 52 499 se describe la regeneración de medios auxiliares de filtración, eliminándose los medios auxiliares de filtración de los elementos de filtración y tratándose en un recipiente independiente con disoluciones enzimáticas, álcalis débiles y ácidos débiles así como con un agente oxidante.

En el documento WO 03/008067 se describe la regeneración de medios auxiliares de filtración, teniendo lugar en la torta de filtración intacta en primer lugar un lavado con lejía y a continuación igualmente en la torta de filtración intacta una neutralización del pH mediante lavado con ácido.

Por el documento WO 96/35497 se conoce la regeneración de medios auxiliares de filtración de polímeros sintéticos, como medios auxiliares de filtración de poliamida, mediante lavado con lejía y lavado con un compuesto enzimático, teniendo lugar el tratamiento *in situ* en la instalación de filtración en la torta de filtración intacta.

El documento EP 525 166 describe el tratamiento del medio auxiliar de filtración suspendido por medio de una combinación de enzimas y al menos un tensioactivo. El documento WO 99/16531 da a conocer un tratamiento con lejía de una torta de perlita suspendida con neutralización posterior en el medio auxiliar de filtración que se prerrecubre de nuevo.

En el documento EP 879 629 se describe un tratamiento con lejía de un medio auxiliar de filtración suspendido y dado el caso un tratamiento enzimático.

En el documento GTM 3/2006 (Verfahrenstechnik Filtration, página 44-46) se describe una regeneración de tierra de diatomeas por medio de NaOH y ácido nítrico, por medio de enzimas (beta-glucanasa, proteasa) o una combinación de ambos procedimientos, pudiendo reutilizarse el 70% de la tierra de diatomeas. El documento US 6117459 da a conocer un medio auxiliar de filtración y un procedimiento para su regeneración. El medio auxiliar de filtración comprende partículas poliméricas sintéticas o naturales que no pueden comprimirse o partículas naturales que no pueden comprimirse, como por ejemplo diferentes polímeros sintéticos y derivados de sílice así como mezclas de polímeros y sílice y sus derivados.

El procedimiento de regeneración del medio auxiliar de filtración en el documento US 6117459 no utiliza ningún tensioactivo, sino que se basa meramente en el lavado a un valor de pH alto por medio de disolución de sosa así como el tratamiento por medio de una enzima. Sin embargo, se ha mostrado que los procedimientos de regeneración conocidos hasta la fecha para los medios auxiliares de filtración que deben tratarse según la invención no proporcionan resultados satisfactorios. Según el procedimiento de regeneración, no se posible un uso prácticamente completo del medio auxiliar de filtración a través de varios ciclos de regeneración de filtración. Para

alcanzar varios ciclos tiene que añadir actualmente por ciclo aproximadamente el 30% en peso de medio auxiliar de filtración nuevo (Verfahrenstechnik Filtration, página 44-46).

Las buenas propiedades de filtración del medio auxiliar de filtración nuevo en cuanto al aumento de presión durante la filtración así como en cuanto a las resistencias a la filtración y al lavado no se conservan en el caso de los regenerados a través de varios ciclos, sino que empeoran de ciclo a ciclo hasta que el uso adicional finalmente se vuelve imposible.

Habitualmente, las resistencias a la filtración y resistencias al lavado, que en función del campo técnico de aplicación y del medio auxiliar de filtración superan en determinado valor, no se consideran aceptables en la práctica, dado que de lo contrario se producen tasas de aumento de presión durante la filtración de cerveza, lo que tiene como consecuencia tiempos de filtración cortos no rentables.

Como resistencia a la filtración se denomina el producto de la viscosidad del fluido y la resistencia al flujo a través durante la formación de la torta de filtración, como resistencia al lavado el producto de la viscosidad del fluido y la resistencia al flujo a través durante el flujo a través de la torta de filtración ya formada. El experto en la técnica conoce la determinación de los valores de medición correspondientes y se describe en la directriz VDI 2762.

El objetivo de la invención era desarrollar un procedimiento para la regeneración de un medio auxiliar de filtración inorgánico, natural o semisintético, que posibilite la utilización repetida del medio auxiliar de filtración con valores rentables de caudal de filtrado y duración del filtro así como con una acción de depuración suficiente así como la provisión de un regenerado de este tipo.

Este objetivo se soluciona mediante un procedimiento para la regeneración de un medio auxiliar de filtración inorgánico, natural o semisintético, caracterizado porque en primer lugar se somete el medio auxiliar de filtración a un tratamiento con lejía acuosa, a continuación se lleva a cabo un tratamiento con una disolución enzimática, a continuación de ello se realiza un tratamiento con un tensioactivo y un segundo tratamiento con lejía acuosa, teniendo lugar las dos últimas etapas al mismo tiempo. Con ayuda del procedimiento según la invención es posible una regeneración satisfactoria del medio auxiliar de filtración a través de varios ciclos de regeneración de filtración, conservándose buenas propiedades de filtración del medio auxiliar de filtración en cuanto al aumento de presión durante la filtración así como a las resistencias a la filtración y al lavado en el regenerado, sin que para ello tenga que añadirse necesariamente medio auxiliar de filtración nuevo.

El procedimiento según la invención es adecuado para la regeneración de medios auxiliares de filtración para todo tipo de filtros prerrecubiertos con una capa de prerrecubrimiento depositada sobre elementos de filtración y/o adición continua del medio auxiliar de filtración a la suspensión que debe separarse.

El procedimiento de regeneración según la invención es adecuado en particular para la utilización en la filtración de cerveza. El procedimiento de regeneración separa preferentemente las impurezas filtradas, que consisten en particular en levaduras, de las sustancias auxiliares de filtración.

Se denomina instalación de filtración según la invención el propio aparato de filtración, es decir por ejemplo en el caso de un filtro de presión el recipiente a prueba de presión y el elemento de filtración que se encuentra en el mismo, en el que tiene lugar la filtración. Como elementos de filtración pueden estar presentes todos los dispositivos conocidos para ello, como por ejemplo velas filtrantes o elementos de filtración de disco.

El procedimiento de regeneración según la invención es adecuado preferentemente para medios auxiliares de filtración individuales, como tierra de diatomeas, perlita, óxido de aluminio, vidrio, granulados vegetales, fibras de madera y/o celulosa o mezclas de los mismos. La tierra de diatomeas es una sustancia pulverulenta, que consiste principalmente en las vainas de dióxido de silicio de bacilarofitos fósiles (diatomeas), que presentan una estructura muy porosa. Comercialmente puede adquirirse tierra de diatomeas, por ejemplo, de las empresas Lehmann und Voss (por ejemplo Celite®), Dicalite o PallSeitzSchenk.

Los medios auxiliares de filtración de perlita consisten en roca de obsidiana volcánica y se producen mediante expansión térmica. Químicamente se trata de silicato de aluminio, que es aproximadamente tan inerte como el ácido silícico. En su estructura, los medios auxiliares de filtración de perlita corresponden a fragmentos esféricos, que no presentan la misma porosidad que en el caso del esqueleto de filigrana de las diatomeas. Comercialmente puede adquirirse perlita, por ejemplo, de las empresas Lehmann und Voss (Harbolite®) y Dicalite.

Las fibras naturales acondicionadas previamente de celulosa libre de extracto, que en parte se procesan especialmente, para garantizar altas puridades así como neutralidad de olor y de sabor, pueden utilizarse igualmente como medios auxiliares de filtración. Los medios auxiliares de filtración de celulosa son mecánica y químicamente muy estables, insolubles en casi todos los medios y de pH casi neutro. Comercialmente se comercializan, por ejemplo, por parte de la empresa J. Rettenmaier & Söhne (por ejemplo los tipos Arbocel®, Filtracel® y Vitacel®).

Los materiales mencionados anteriormente se ajustan para su empleo como medios auxiliares de filtración habitualmente mediante procesos de molienda y de clasificación debido al tamaño a determinados espectros de tamaño de grano. También pueden utilizarse mezclas de fracciones con diferentes granulometrías.

El procedimiento según la invención se realiza de tal manera que el medio auxiliar de filtración cargado con impurezas, procedentes en particular de las levaduras de la cerveza, se somete en primer lugar a un tratamiento con una lejía acuosa. Como lejías acuosas son adecuadas sobre todo la sosa cáustica o la sosa potásica, de manera especialmente preferente la sosa cáustica. La concentración de la lejía asciende habitualmente a del 0,5 al 5% en peso de sólido base/l, en particular del 1 al 5% en peso, de manera especialmente preferente del 2 al 3,5% en peso. El tiempo de tratamiento se encuentra habitualmente entre 15 y 180 minutos, preferentemente entre 45 y 120 minutos.

A continuación del tratamiento con una lejía acuosa tiene lugar un tratamiento enzimático del medio auxiliar de filtración. Ventajosamente, entre la primera etapa de tratamiento con una lejía y el tratamiento enzimático se lleva a cabo una etapa de lavado con agua fría o caliente.

Antes del tratamiento con una enzima se ajusta el valor de pH a valores < pH 7, preferentemente a pH de 3,5 a 5,5.

5 El ajuste del valor de pH puede tener lugar con diferentes ácidos, por ejemplo con ácidos minerales tales como ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido sulfúrico o, en el caso von aparatos de vidrio, también con ácido clorhídrico. Además, también son adecuados el ácido cítrico, ácido carboxílico o ácido láctico. Básicamente son adecuadas como enzimas todas las enzimas o mezclas de enzimas, que pueden lisar los materiales biológicos separados durante la filtración, en particular células de levadura, como por ejemplo levaduras de la cerveza, preferentemente se trata a este respecto de proteasas, glucosidasas, amilasas o pectinasas. Tales enzimas o mezclas de enzimas pueden obtenerse comercialmente.

Como enzimas son adecuadas preferentemente las glucanasas, de manera especialmente preferente β -1,3-glucanasas. Las enzimas se emplean habitualmente en forma de disoluciones acuosas. La cantidad adecuada de enzima depende de la actividad de la respectiva enzima y de la carga de la cerveza no filtrada y de la torta de filtración con impurezas. Además de una actividad beta-glucanasa pueden estar presentes también actividades enzimáticas adicionales en la disolución enzimática según la invención.

La determinación de la actividad de la disolución enzimática la puede llevar a cabo el experto en la técnica mediante algunos ensayos sencillos, investigando qué cantidad de enzima necesita para lisar un número definido de células de levadura. Entonces, la dosificación de la enzima puede tener lugar en función de la turbidez o carga con células de levadura y del volumen que debe filtrarse de la cerveza sin filtrar.

20 El tratamiento enzimático puede tener lugar a 25 - 60°C, preferentemente 40 - 50°C. La duración se encuentra habitualmente entre 30 y 300 min, preferentemente entre 100 y 180 min.

La determinación de unidades activas puede tener lugar tal como se expone a continuación: una unidad activa U (unidad) se define según la invención como la reducción de la extinción a 800 nm a 0,04/min en un ensayo enzimático a pH 4,0 y 45°C en el plazo de los primeros 10 min. Como sustrato puede usarse en este ensayo levadura de cerveza con $1 - 3 \cdot 10^7$ células/ml, que se trató previamente con sosa cáustica. Con respecto al valor de EBC de la cerveza sin filtrar a 25° y haciendo referencia a las unidades activas descritas anteriormente se recomienda una dosificación de desde 0,2 U/(EBC x hl) hasta 12 U/(EBC x hl), preferentemente de 1 a 5 U/(EBC x hl) (EBC: European Brewery Convention; Prueba convencional para la determinación de los valores de turbidez).

30 Con respecto al número de células de levadura en la torta de filtración que debe regenerarse se recomienda una dosificación de desde 3 hasta 170 U/(10^{10} células de levadura), preferentemente de 5 a 85 U/(10^{10} células de levadura), en particular de 5 a 20 U/(10^{10} células de levadura).

Además se trata el medio auxiliar de filtración con una dispersión de tensioactivo o disolución de tensioactivo acuosa. La concentración de tensioactivo, con respecto al peso total de la disolución, puede ascender a del 0,01 al 4% en peso, preferentemente del 0,01 al 1,5% en peso, en particular del 0,1 al 0,75% en peso.

35 Como tensioactivos son adecuados tensioactivos tanto iónicos, en particular aniónicos, como no iónicos. También pueden utilizarse mezclas de tensioactivos. Tensioactivos iónicos adecuados pueden ser: sulfatos de alcoholes grasos tales como dodecilsulfato de sodio o dodecilsulfato de amonio, etersulfatos de alcoholes grasos, sulfoacetatos de alquilo, ésteres de ácidos fosfóricos de alcoholes grasos, eterfosfatos de alcoholes grasos, ésteres de ácidos fosfóricos de alcohol tales como fosfato de triisobutilo, ésteres monoalquílicos o dialquílicos del ácido sulfosuccínico tal como sulfosuccinato de dioctilsodio, alquilsulfonatos, alquilbencenosulfonatos tal como ácido dodecylbencenosulfónico. Como tensioactivos no iónicos se tienen en cuenta: etoxilatos de alcoholes grasos tal como por ejemplo un alcohol graso C13 con 6 unidades de EO, etoxilatos de alquifenol, ésteres de ácidos grasos de polioxietileno, etoxilatos de polipropilenglicol, mono- y diglicéridos de ácidos grasos así como los etoxilatos correspondientes, ésteres parciales de glicol de ácidos grasos, ésteres de ácido graso de sorbitano o ésteres de ácidos grasos de sorbitano de polioxietileno.

45 Entre el tratamiento enzimático y el tratamiento con tensioactivo puede tener lugar en caso deseado a su vez una etapa de lavado con agua fría o caliente. A la etapa de tratamiento con un tensioactivo le puede seguir una etapa de lavado adicional con agua fría o caliente.

50 El tratamiento con el tensioactivo tiene lugar al mismo tiempo con la segunda etapa de tratamiento con lejía acuosa.

La etapa de tratamiento con tensioactivo y/o la segunda etapa de tratamiento con una lejía acuosa puede tener lugar opcionalmente fuera de la instalación de filtración en un recipiente adecuado, como por ejemplo el dispositivo para el tratamiento enzimático o, tras un nuevo prerrecubrimiento del medio auxiliar de filtración sobre un elemento de filtración, mediante flujo a través en el filtro.

55 La primera etapa de tratamiento con lejía acuosa puede tener lugar según una variante de procedimiento en la torta de filtración intacta.

Según otra variante de procedimiento, el primer tratamiento con lejía acuosa también puede llevarse a cabo en una torta de filtración alejada de la instalación de filtración, cuya unión entre partículas está desintegrada, y que se encuentra como suspensión espesa o suspensión acuosa. El procedimiento según la invención se realiza según una forma de realización de tal manera que la etapa de tratamiento enzimático no tiene lugar *in situ* en una torta de filtración intacta o una capa de prerrecubrimiento, sino que la torta de filtración se retira destruyendo la unión entre partículas del medio de filtración y se trata en un dispositivo independiente, en particular fuera de la instalación de filtración. Este dispositivo independiente puede ser, por ejemplo, una caldera o cualquier otro recipiente adecuado, y

- está equipado preferentemente con un dispositivo de agitación. Antes del tratamiento enzimático se retira entonces el medio auxiliar de filtración soltando la unión entre partículas en la torta de filtración del elemento de filtración, se seca de la instalación de filtración y se trata en un dispositivo independiente. El tratamiento enzimático tiene lugar según esta forma de realización en una suspensión o suspensión espesa acuosa del medio auxiliar de filtración, die
- 5 habitualmente presenta un contenido en sólidos de desde el 5 hasta el 25% en peso.
Tras el tratamiento enzimático, el tratamiento con un tensioactivo puede tener lugar igualmente en la suspensión espesa o suspensión acuosa del medio auxiliar de filtración. A continuación de ello puede tener lugar la segunda etapa de tratamiento con lejía acuosa o bien además en la suspensión o suspensión espesa acuosa o alternativamente en una torta de filtración que se ha vuelto a prerrecubrir.
- 10 Según otra variante de procedimiento, el medio auxiliar de filtración se prerrecubre en un filtro adecuado y la torta de filtración formada de nuevo se somete a las etapas de tratamiento adicionales, al tratamiento con tensioactivo así como al segundo tratamiento con lejía.
- Según una forma de realización alternativa, el tratamiento enzimático se realiza en la torta de filtración intacta, o bien lavándose la torta de filtración con la disolución enzimática acuosa o bien mezclándose con la disolución enzimática e incubándose. Preferentemente, la torta de filtración se lava de manera continua con la disolución enzimática, para
- 15 garantizar su estabilidad e impedir una caída del elemento de filtración.
Según esta forma de realización alternativa, el tratamiento con el tensioactivo así como la segunda etapa de tratamiento con lejía acuosa, en caso deseado en cada caso tras una etapa de lavado, se realiza en la torta de filtración intacta.
- 20 También es posible destruir la torta de filtración tras el tratamiento enzimático y llevar a cabo el tratamiento con tensioactivo y/o el segundo tratamiento con lejía en una suspensión o suspensión espesa acuosa.
Las etapas de regeneración, que se llevan a cabo en la torta de filtración intacta, pueden realizarse a todas las diferencias de presión entre el lado de alimentación y el de filtrado del filtro, que por un lado posibilitan un flujo a través de la torta de filtración y por otro lado no superan la resistencia a la presión de la carcasa de filtro.
- 25 Habitualmente esta diferencia de presión se encuentra entre 1 kPa y 800 kPa.
El tratamiento enzimático, así como dado el caso la primera y/o la segunda etapa de tratamiento con una lejía así como el tratamiento con tensioactivo en el dispositivo independiente, tienen lugar habitualmente a presión atmosférica. También es concebible que al menos una de las etapas se realice a sobrepresión.
- 30 La temperatura de las lejías acuosas utilizadas para la regeneración así como la de los tensioactivos acuosos puede ascender a de 5 a 95°C.
- Básicamente, las etapas de procedimiento realizadas en la torta de filtración intacta con flujo a través pueden tener lugar en cada caso independientemente entre sí o bien en un modo de funcionamiento con circulación reutilizando el líquido o los líquidos se desechan directamente.
- 35 Según una forma de realización, en el primer tratamiento con lejía acuosa la disolución se desecha, preferentemente de manera completa. También es concebible que la lejía acuosa se reutilice al menos parcialmente, preferentemente se purifique, y se use en un modo de funcionamiento con circulación. La reutilización de la lejía puede ser razonable desde el punto de vista de aspecto económicos y de eliminación.
- Preferentemente, en las etapas de lavado individuales, independientemente entre sí, el agua de lavado se desecha, preferentemente de manera completa. También es concebible que el agua de lavado, en particular caliente, se reutilice al menos parcialmente, preferentemente se purifique, y se utilice en el modo de funcionamiento con
- 40 circulación. La reutilización o el procesamiento del agua de lavado en particular caliente es razonable desde el punto de vista de aspectos de la técnica de las aguas residuales así como energéticos.
- El tratamiento enzimático, el tratamiento con tensioactivo así como el segundo tratamiento con lejía acuosa tienen lugar en cada caso ventajosamente de manera independiente entre sí al menos parcialmente en un modo de funcionamiento con circulación, para usar las sustancias activas caras, tales como enzimas o tensioactivos, en primer lugar lo máximo posible y en segundo lugar producir la menor cantidad de agua residual posible. El modo de funcionamiento con circulación de estas disoluciones de sustancias activas tiene además la ventaja de que no tienen que calentarse en cada caso hasta una temperatura correspondiente y por consiguiente no es necesario un suministro de energía alto permanente. También es concebible que las disoluciones acuosas de enzima, lejía y/o
- 50 tensioactivo se desechen directamente en particular al inicio de la respectiva etapa. Esto es concebible entonces en particular cuando pueden producirse enzimas correspondientes de manera esencialmente más económica o cuando las enzimas presentan una actividad suficiente a temperaturas menores.
- El medio auxiliar de filtración regenerado completamente puede permanecer en la instalación de filtración y utilizarse inmediatamente para la filtración. También puede retirarse el medio auxiliar de filtración regenerado de la instalación y almacenarlo tras su secado.
- 55 El experto en la técnica puede, según el tipo de cerveza, la turbidez y la carga de levadura de la cerveza sin filtrar, añadir medio auxiliar de filtración nuevo para el prerrecubrimiento o la dosificación, por ejemplo con otra granulación, para reaccionar a propiedades de sólidos modificadas. Según el dispositivo de filtración y de regeneración pueden

producirse pérdidas de medio auxiliar de filtración condicionadas por la instalación, en particular por faltas de estanqueidad, interrupciones durante las etapas de lavado o la destrucción mecánica del medio auxiliar de filtración durante las etapas de regeneración, que debe añadirse a su vez para garantizar una duración correspondiente del ciclo de filtración posterior. A este respecto, puede suministrarse desde fuera medio auxiliar de filtración o bien nuevo o bien ya regenerado, en particular secado.

En el procedimiento según la invención puede intercambiarse y/o complementarse del 0 al 20% en peso, preferentemente del 0 al 10% en peso, en particular del 0 al 5% en peso, de medio auxiliar de filtración por ciclo. Esto puede ser necesario no debido a una purificación insuficiente sino más bien por pérdidas de medio auxiliar de filtración en la instalación de filtración y de regeneración. En una forma de realización especial no se suministra desde fuera ningún medio auxiliar de filtración durante en total al menos 5, preferentemente al menos 10, ciclos de regeneración.

Una característica de evaluación importante para la calidad de la regeneración es el aumento de presión temporal, es decir la diferencia de presión entre el lado de alimentación y el de filtrado del filtro, durante la filtración de cerveza que sigue a la regeneración. Un aumento de presión demasiado elevado o un incremento de la tasa de aumento de presión de un ciclo a otro ciclo apuntan a una regeneración incompleta del medio auxiliar de filtración. Una tasa de aumento de presión aproximadamente constante de un ciclo a otro ciclo, que se encuentra en el intervalo de la del producto nuevo, apunta a una regeneración suficiente. La carga de turbidez en la cerveza sin filtrar fluctúa habitualmente y tiene una influencia considerable sobre la tasa de aumento de presión. Esta influencia puede eliminarse aproximadamente mediante la estandarización de la diferencia de presión con ayuda de la respectiva turbidez de la cerveza sin filtrar, normalizada igualmente a un valor estándar, (medida como 25°-EBC).

Un criterio de evaluación importante adicional para el éxito de regeneración es la resistencia a la filtración o al lavado del regenerado. Si estos valores están aumentados significativamente en comparación con el producto nuevo y muestran un aumento monótono de un ciclo a otro ciclo, debe partirse igualmente de una regeneración incompleta. El regenerado se caracteriza porque también tras una regeneración repetida, preferentemente tras 5 regeneraciones, en particular tras 10 regeneraciones, presenta una resistencia a la filtración y/o una resistencia al lavado de $1^{-10} \times 10^{12}$ mPa s/m², preferentemente de $2-8 \times 10^{12}$ mPa s/m², en particular de $2-7 \times 10^{12}$ mPa s/m². Con ello se consigue un grado de regeneración muy alto en comparación con otras resistencias que pueden conseguirse por medio de procedimientos convencionales del estado de la técnica, que corresponde aproximadamente a las calidades del nuevo medio auxiliar de filtración. Un grado de regeneración de este tipo posibilita una capacidad de reutilización frecuente y con ello una utilización muy rentable y que protege el medio ambiente y los recursos del medio auxiliar de filtración. Por regenerado se entiende el medio auxiliar de filtración inorgánico, natural o semisintético utilizado según las condiciones como en el ejemplo 1 en cuanto al número de células de levadura, el prerrecubrimiento, la filtración y la regeneración al menos una vez para la filtración y una regeneración posterior.

El regenerado se caracteriza además porque tras al menos uno, preferentemente 3, en particular 5, ciclos de regeneración de filtración presenta una diferencia de presión normalizada para la turbidez durante una filtración de tres horas, que se encuentra en el intervalo del nuevo material y se encuentra entre 0,02-0,6 bar/h, preferentemente 0,02-0,5 bar/h, en particular 0,02-0,4 bar/h. A este respecto, el cálculo de la presión normalizada para la turbidez tiene lugar mediante la división de la presión medida con el cociente de la turbidez real de la cerveza sin filtrar y una turbidez estándar de 30 EBC (25°-EBC).

Con ello, el regenerado dispone de aproximadamente las mismas propiedades que el nuevo medio auxiliar de filtración antes de la primera regeneración. Esto tiene la ventaja de que se consiguen tasas de aumento de presión reducidas durante la filtración y son posibles duraciones de filtro largas.

El regenerado se produce por medio del procedimiento según la invención descrito.

Además, una investigación microscópica asociada del regenerado ofrece una buena posibilidad de evaluar el éxito de regeneración.

De este modo pasan a ser objeto de la descripción las reivindicaciones independientes y dependientes mediante referencia a las mismas.

Características adicionales de la invención se obtienen de la descripción posterior de formas de realización especiales, figuras y ejemplos. A este respecto, las características de la invención pueden implementarse individualmente o en combinación. Los ejemplos sirven para explicar y para entender mejor la invención y no deben entenderse en modo alguno de manera limitativa.

Descripción de las figuras

La Figura 1 muestra la diferencia de presión normalizada para la turbidez en función del tiempo de filtración (normalización a 30 EBC (25°)) del ejemplo 1 con los números de ciclo: -1, □-2, ▲-3, Δ-4, ○-5, ●-6

La Figura 2 muestra las resistencias a la filtración (gris) y resistencias al lavado (rayado) en función del número de regeneraciones de los medios auxiliares de filtración del ejemplo 1

La Figura 3 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 1ª filtración del ejemplo 1

La Figura 4 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 1ª regeneración del ejemplo 1

La Figura 5 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 2ª regeneración del ejemplo 1

La Figura 6 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 3ª

regeneración del ejemplo 1

La Figura 7 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 4ª regeneración del ejemplo 1

5 La Figura 8 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 5ª regeneración del ejemplo 1

La Figura 9 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la 6ª regeneración del ejemplo 1

La Figura 10 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración perlita tras la filtración del ejemplo 2

10 La Figura 11 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración perlita tras la regeneración del ejemplo 2

La Figura 12 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración celulosa tras la filtración del ejemplo 2

15 La Figura 13 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración celulosa tras la regeneración del ejemplo 2

La Figura 14 muestra las resistencias al lavado de medio auxiliar de filtración de perlita (1-nuevo, 2-tras la regeneración) y de celulosa (3-nuevo, 4-tras la regeneración) del ejemplo 2

La Figura 15 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la filtración del ejemplo 3

20 La Figura 16 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tras la regeneración del ejemplo 3

La Figura 17 muestra la diferencia de presión normalizada para la turbidez en función del tiempo de filtración (normalización a 30 EBC (25°)) del ejemplo 4 con los números de ciclo: □-1, ■-2, △-3, ▲-4, ●-5, ○-6

25 La Figura 18 muestra las resistencias a la filtración (gris) y resistencias al lavado (rayado) en función del número de regeneraciones de los medios auxiliares de filtración del ejemplo 4

La Figura 19 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 1ª filtración del ejemplo 4

La Figura 20 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 1ª regeneración del ejemplo 4

30 La Figura 21 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 2ª regeneración del ejemplo 4

La Figura 22 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 3ª regeneración del ejemplo 4

35 La Figura 23 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 4ª regeneración del ejemplo 4

La Figura 24 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 5ª regeneración del ejemplo 4

La Figura 25 muestra una imagen de microscopio del medio auxiliar de filtración de tierra de diatomeas + celulosa tras la 6ª regeneración del ejemplo 4

40 Ejemplos

Ejemplo 1

Filtración de tierra de diatomeas por medio de filtro de vela

45 La filtración tuvo lugar con cerveza turbia (Pils) usando un filtro de vela (anchura de intersticio de la vela filtrante de 70 µm, superficie de filtro 0,032 m²). Como medio auxiliar de filtración se usó tierra de diatomeas de diferente finura (denominación DIC, CBR3 y CBL, empresa Pall GmbH Seitz-Schenk).

Prerrecubrimiento:

Se trabajó con un prerrecubrimiento de 1500 g/m² (25% de DIC, 75% de CBR3), que se utilizó para filtrar un flujo volumétrico de 30 l/h.

Filtración:

50 La filtración de cerveza tuvo lugar con un flujo volumétrico de 15 l/h y con adición de 100 g/hl de tierra de diatomeas (25% de DIC, 50% de CBR3, 25% de CBL) durante en cada caso aproximadamente 3 h. La cerveza sin filtrar presentaba un número de células de levadura de 2-2,4-10⁶.

Regeneración:

55 Tras finalizar la filtración de cerveza tuvo lugar un tratamiento con agua caliente mediante lavado de la torta de filtración intacta que se encontraba todavía sobre el filtro con agua corriente (85°C) durante un periodo de tiempo de 15 min a un caudal de 30 l/h. A continuación tuvo lugar un lavado de la torta de filtración con NaOH acuoso al 2% en peso (85°C) durante un periodo de tiempo de 15 min desechando el líquido de lavado, a continuación durante 45 min en un modo de funcionamiento con circulación, en ambos casos a un caudal de 15 l/h. Después tuvo lugar un lavado

con 30 l/h de agua corriente (5-10°C) para eliminar el volumen residual de la disolución de NaOH en la instalación y enfriamiento durante 20 min. A continuación de esto tuvo lugar un tratamiento enzimático, desmontándose antes del tratamiento la torta de filtración (suspensión espesa y dilución hasta una suspensión aproximadamente al 10% en peso), pasándose a una caldera con agitación que se encuentra fuera del filtro y llevándose a cabo con ácido cítrico un ajuste a pH 4. Allí tuvo lugar un tratamiento con una disolución acuosa de una β -1,3-glucanasa (Trenolin Filtro DF®, empresa Erbslöh) a pH 4 y 50°C durante 120 min. La cantidad de enzima ascendía a 11 U/(EBC·hl). Tras finalizar el tratamiento enzimático se ajustó en la suspensión mediante la adición de NaOH (al 10%) y dodecilsulfato de sodio (SDS, al 10%) una concentración de NaOH del 1% en peso y una concentración de SDS del 0,5% en peso y se trató el sistema en la caldera con agitación a 85°C durante 15 min. A continuación se prerrecubrió el sólido en un modo de funcionamiento con circulación a 30 l/h de nuevo sobre la vela filtrante y se lavó igualmente a 30 l/h en primer lugar durante 15 min con agua corriente (85°C) y a continuación durante aproximadamente 15 min con agua corriente (5-10°C). Tras este procedimiento se retiró el regenerado de la instalación de filtración y se almacenó de manera intermedia en un recipiente para el siguiente ciclo de regeneración de filtración.

La evaluación de la regeneración tuvo lugar por un lado microscópicamente y por otro lado mediante la determinación de la resistencia a la filtración y al lavado (directriz VDI 2762, 20°C). La determinación de la resistencia al lavado tuvo lugar con un flujo a través de una torta de filtración regenerada de aproximadamente 5-20 mm de grosor con 50-100 g de agua (20°C). Un criterio de evaluación adicional era la evolución temporal del aumento de presión durante la filtración de cerveza posterior. Las curvas de aumento de presión con respecto al ejemplo 1 pueden tomarse de la Figura 1. Se realizaron 6 filtraciones con en cada caso regeneraciones intermedias. Los regenerados se caracterizan por tasas de aumento de presión iguales o ligeramente menores en comparación con el producto nuevo, lo que demuestra una alta calidad del regenerado. Las resistencias a la filtración y al lavado de los regenerados (Figura 2) se encuentran por debajo de $1 \cdot 10^{13}$ mPas/m² y presentan únicamente fluctuaciones debidas al ensayo, pero ningún aumento continuado de un ciclo a otro ciclo, lo que demuestra igualmente regeneración satisfactoria. Lo mismo es aplicable a la evaluación microscópica de los regenerados (Figuras 3-9).

Las Figuras 3-9 muestran imágenes microscópicas de tierra de diatomeas tras haber tenido lugar una filtración y posterior regeneración de varios ciclos. No se muestran tras ninguna de las 6 regeneraciones representadas células de levadura enteras ni tampoco solo partes de las mismas. Por consiguiente, la lisis ha tenido lugar en cada caso de manera completa y la calidad de las regeneraciones debe evaluarse como muy buena.

Ejemplo 2

Filtración usando perlita o celulosa pura usando un filtro de aspiración a presión de laboratorio

A continuación se describen ensayos de regeneración, en cada caso usando perlita o celulosa. Se investigaron los materiales, en cada caso usándolos, en cuanto a su capacidad de regeneración tras haber tenido lugar la filtración de cerveza. En el caso de la perlita usada se trata del tipo Harbolite (empresa Lehmann & Voss; mezcla del 50% en peso de Harbolite 300 y del 50% en peso de Harbolite 635). La celulosa usada procede de la empresa J. Rettenmaier & Söhne (tipo Arbocel BE 600/10). La selección de los tipos tuvo lugar de manera correspondiente a la capacidad de retención con respecto a los turbios de la cerveza.

La siguiente descripción es aplicable tanto para ensayos con perlita como con celulosa. En primer lugar se produjo con medio auxiliar de filtración cargado con turbios de la cerveza usando un filtro de aspiración a presión (20 cm² de superficie de filtro) y un recipiente de reserva (10 l, con agitación). A este respecto se prerrecubrió en primer lugar una capa de prerrecubrimiento del medio auxiliar de filtración sobre el medio de filtración (2000 g/m²). A continuación se mezclaron entre sí medios auxiliares de filtración y cerveza sin filtrar (Pils, 8 l) en el recipiente de reserva (concentración del medio auxiliar de filtración: 100 g/hl) y se filtró con agitación a través del filtro de aspiración dotado de la capa de prerrecubrimiento. A este respecto, se continuó con la diferencia de presión (0,1-3,5 bar) de tal manera que se obtuvo como resultado un flujo volumétrico de filtrado aproximadamente constante. El filtrado era aproximadamente transparente. Tras finalizar la filtración se regeneró el material tal como sigue: la torta de filtración cargada se desmontó del filtro de aspiración y se diluyó con agua desmineralizada (EMW), de modo que había una suspensión con un contenido en sólidos de aproximadamente el 10%. Esta suspensión se ajustó mediante la adición de NaOH acuoso al 50% a una concentración final del 1% de NaOH y se incubó durante 60 min a 85°C. A continuación se filtró la suspensión (filtro de aspiración a presión, 20 cm² de superficie de filtro) y la torta de filtración producida se lavó 5 veces con en cada caso 200 ml de EMW. Después se desmontó la torta y a continuación a continuación el sistema con EMW, de modo que a su vez había una suspensión de aproximadamente el 10% en peso. Tras la adición de 11 U/(EBC·hl) de β -glucanasa (Trenolin Filtro DF®, empresa Erbslöh), se incubó la suspensión a pH 4 y 50°C durante 2 h. A continuación se ajustó con SDS al 10% y NaOH acuoso al 50% una concentración de SDS del 0,5% así como una concentración de NaOH del 1% y se incubó el sistema durante 15 min a 20-25°C. A continuación se separó mediante filtración el sólido con un filtro de aspiración a presión de laboratorio (véase anteriormente) y se lavó 5 veces con en cada caso 200 ml de EMW (20-25°C) (lavado por flujo a través). En no regenerado y el regenerado se evaluaron microscópicamente.

Para la regeneración de perlita (Figuras 10 y 11), las imágenes microscópicas muestran que las células de levadura y partículas de suciedad adicionales se eliminaron satisfactoriamente.

Para la regeneración de celulosa (Figuras 12 y 13), las imágenes microscópicas muestran igualmente que las células de levadura y partículas de suciedad adicionales se eliminaron satisfactoriamente.

5 A continuación se midieron la resistencia a la filtración y al lavado de los respectivos regenerados según la directriz VDI 2762 y se compararon con aquellas del medio auxiliar de filtración sin cargar (Figura 14). Los resultados muestran que las respectivas resistencias al lavado de las muestras de partida y de los regenerados son idénticas en el marco de la exactitud de medición.

Por consiguiente, basándose en las propiedades de filtración, puede partirse de la base de una regeneración satisfactoria tanto de perlita como de celulosa.

Ejemplo 3

10 Filtración de tierra de diatomeas por medio de un filtro de aspiración a presión de laboratorio

El ejemplo 3 se realizó de manera análoga al ejemplo 2 con tierra de diatomeas con la especificación indicada en el ejemplo 1. Enzima: Cellufood AL 140®, empresa Bioprakt GmbH, Berlín. La cantidad de enzima ascendía a 11 U/(EBC·hl). Tras tener lugar la regeneración se compararon las resistencias a la filtración de tierra de diatomeas sin cargar con las de tierra de diatomeas regenerada:

15 resistencia a la filtración nueva: 9,48 E12 mPas/m²
resistencia a la filtración regenerada: 8,62 E12 mPas/m²
Junto con análisis microscópicos esto muestra el éxito de la regeneración (Figuras 15 y 16.)

Ejemplo 4

Filtración usando una mezcla de tierra de diatomeas-celulosa por medio de un filtro de vela

20 El desarrollo del ensayo tuvo lugar de manera análoga al ejemplo 1.

Tanto para el prerrecubrimiento (1500 g/m²) como para la dosificación (100 g/hl) se utilizó una mezcla del 20,0% en peso de celulosa (Arbocel BE600/10, empresa J. Rettenmaier & Söhne) y del 80,0% en peso de tierra de diatomeas. A este respecto, el porcentaje de tierra de diatomeas consistía en un 25% del tipo DIC, en un 62,5% del tipo CBR3 y en un 12,5% del tipo CBL (ejemplo 1).

25 Las curvas de aumento de presión con respecto al ejemplo 4 se representan en la Figura 17. Se realizaron 6 filtraciones con en cada caso regeneraciones intermedias. La cantidad añadida en cada caso de producto nuevo (misma razón de mezclado que al principio) ascendía a aproximadamente el 20%. Las tasas de aumento de presión normalizadas para la turbidez de los regenerados están aumentadas en comparación con el producto nuevo, sin embargo se encuentran con como máximo 0,2 bar/h a un nivel aceptable. Además, no hay un aumento continuo de
30 la tasa de aumento de presión de un ciclo a otro ciclo; el aumento de presión normalizado para la turbidez durante la 5ª y la 6ª filtración era menor que en de la 4ª filtración. Las resistencias a la filtración y al lavado de los regenerados (Figura 18) se encuentran por debajo de 1.10¹³ mPas/m². Aunque presentan un aumento de un ciclo a otro ciclo, este es sin embargo decrecimiento y no lineal o exponencial, tal como es el caso en un procedimiento de regeneración insuficiente. La regeneración satisfactoria se demuestra también mediante la investigación
35 microscópica de los regenerados (Figuras 19-25).

Las Figuras 19-25 muestran imágenes microscópicas de tierra de diatomeas/celulosa tras 1 a 6 ciclos de una filtración y posterior regeneración.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la regeneración de medios auxiliares de filtración inorgánicos, naturales y semisintéticos, **caracterizado porque**:
- 5 a) se somete el medio auxiliar de filtración a un primer tratamiento con lejía acuosa,
b) se lleva a cabo un tratamiento con enzimas,
c) se realiza un tratamiento con un tensioactivo, y
d) se realiza un segundo tratamiento con lejía acuosa,
- teniendo lugar el segundo tratamiento con lejía acuosa (etapa d) y el tratamiento con tensioactivo (etapa c) al mismo tiempo.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** como medios auxiliares de filtración se usan al menos uno seleccionado del grupo que consiste en tierra de diatomeas, perlita, óxido de aluminio, vidrio, granulados vegetales, fibras de madera y celulosa.
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** como lejía acuosa se emplea sosa cáustica.
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** como enzimas se emplean enzimas de lisan las células de levadura.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** como enzimas se emplean glucanasas.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** como tensioactivos se emplean tensioactivos aniónicos o no iónicos.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** como tensioactivo se emplea dodecilsulfato de sodio.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** como tensioactivos se emplean etoxilatos de alcoholes grasos.
- 25 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** el primer tratamiento con lejía acuosa tiene lugar en una torta de filtración.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** el primer tratamiento con lejía acuosa tiene lugar en una suspensión o en una suspensión espesa acuosas del medio auxiliar de filtración.
- 30 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** el tratamiento enzimático tiene lugar en una suspensión espesa o en una suspensión acuosas del medio auxiliar de filtración.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** el tratamiento con tensioactivo tiene lugar en una suspensión o en una suspensión espesa acuosas del medio auxiliar de filtración.
13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** el tratamiento con tensioactivo tiene lugar en una torta de filtración.
- 35 14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** el segundo tratamiento con lejía acuosa tiene lugar en una suspensión o en una suspensión espesa acuosas del medio auxiliar de filtración.
15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** el segundo tratamiento con lejía acuosa tiene lugar en una torta de filtración.
- 40 16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizado porque** entre las etapas individuales independientemente entre sí tiene lugar una etapa de lavado, preferentemente con agua.

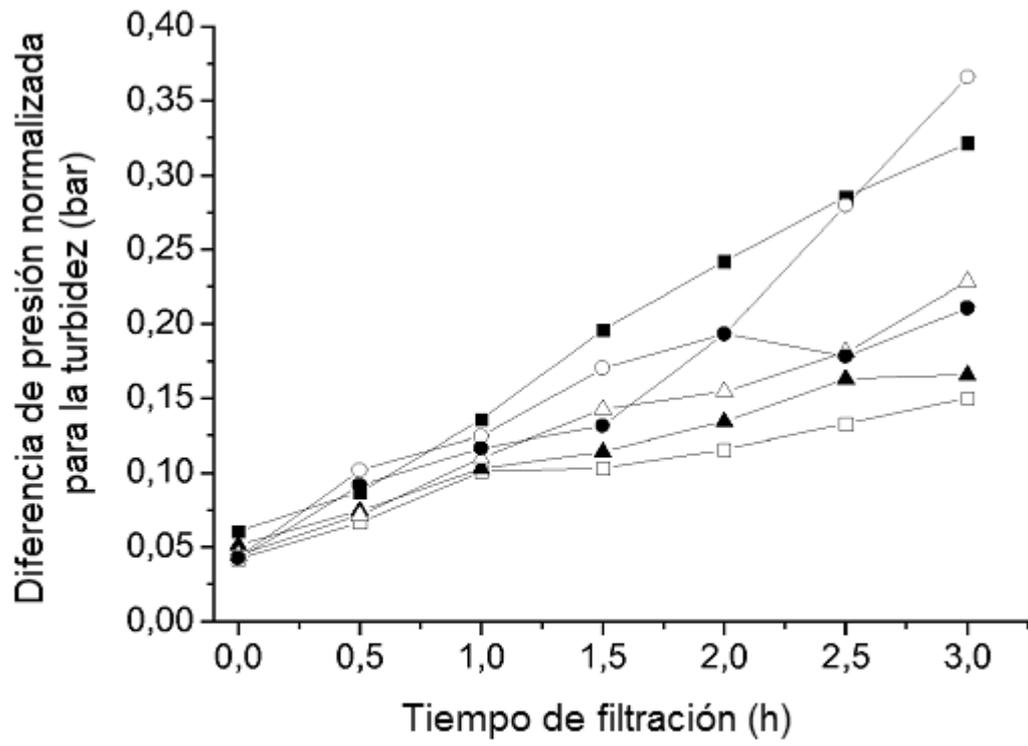


Figura 1/25

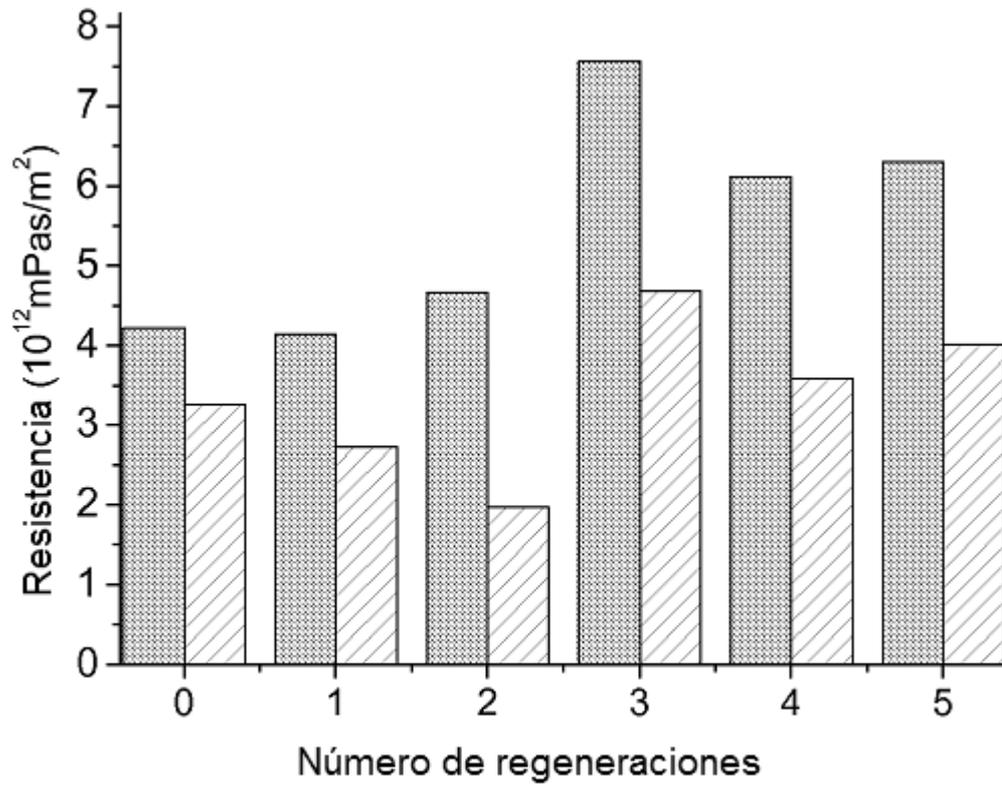


Figura 2/25

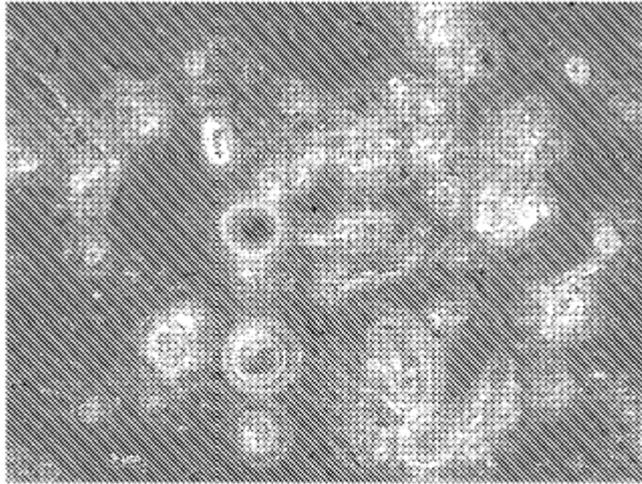


Figura 3/25

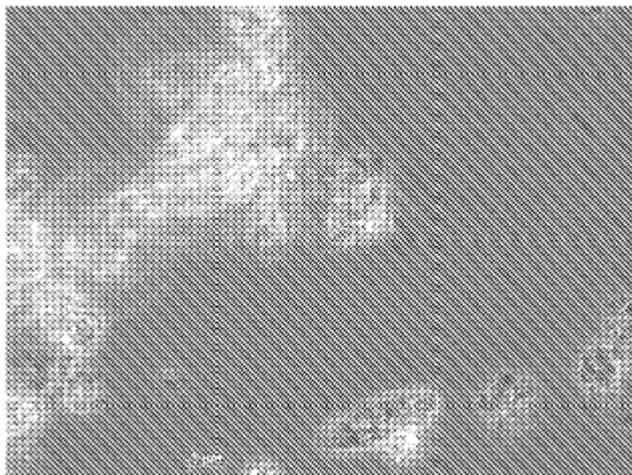


Figura 4/25

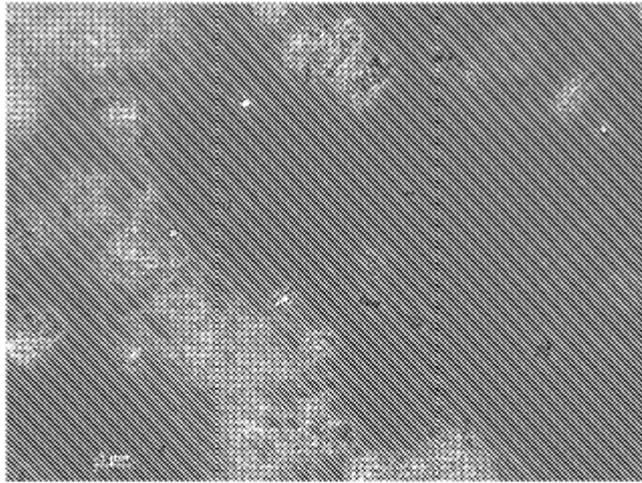


Figura 5/25

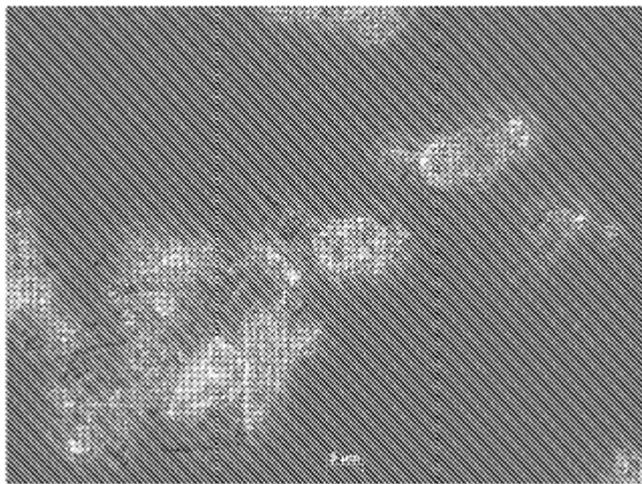


Figura 6/25

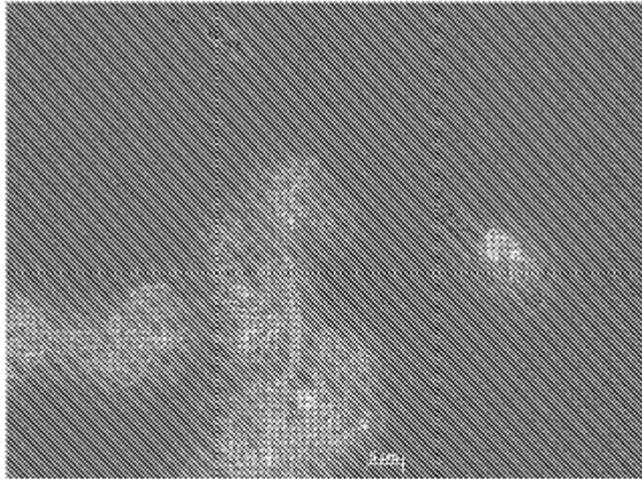


Figura 7/25

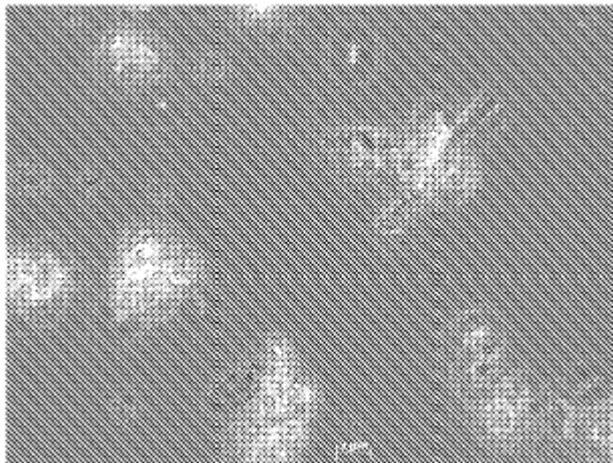


Figura 8/25

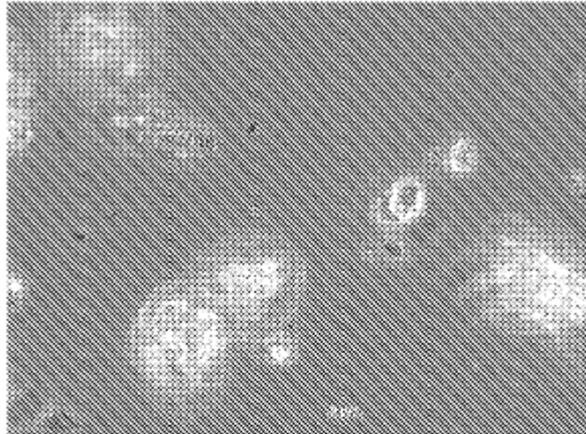


Figura 9/25

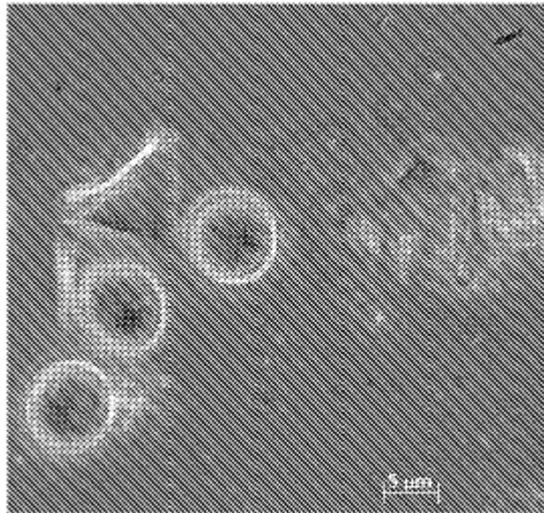


Figura 10/25

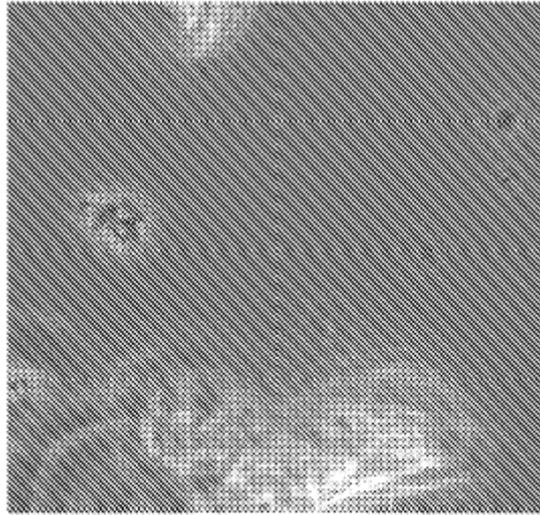


Figura 11/25

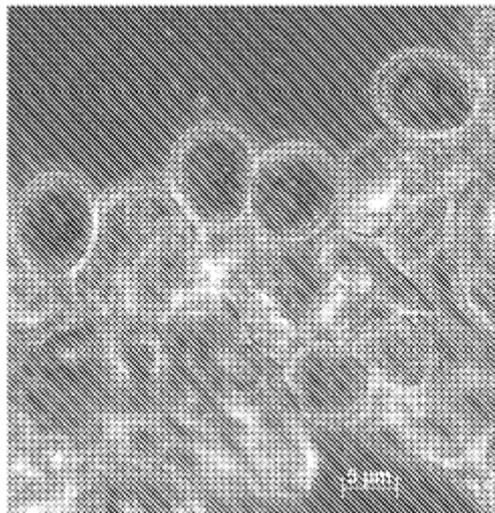


Figura 12/25

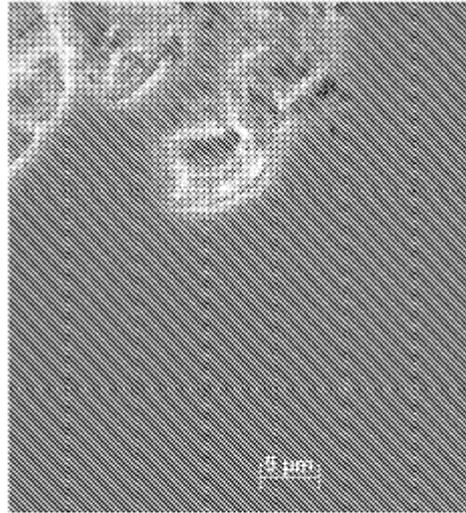


Figura 13/25

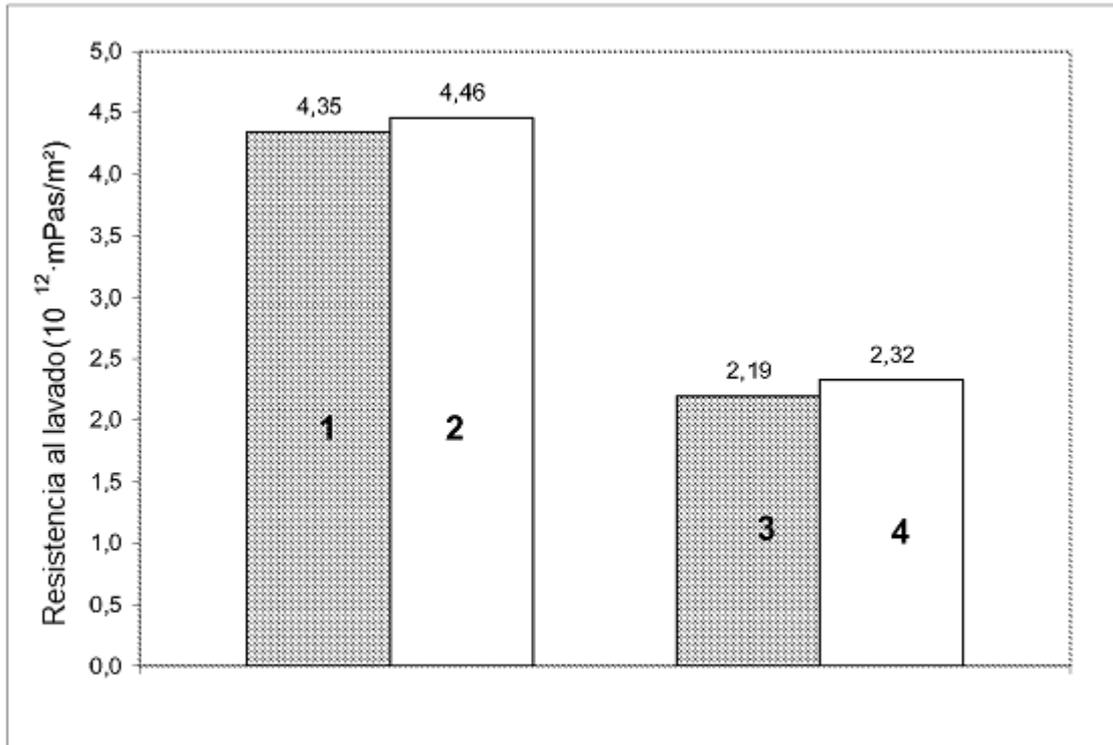


Figura 14/25

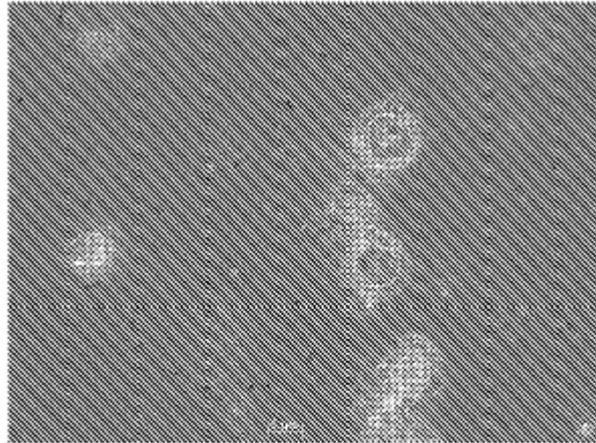


Figura 15/25

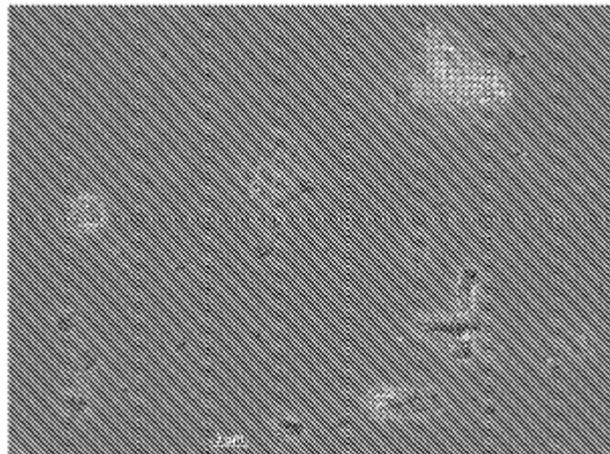


Figura 16/25

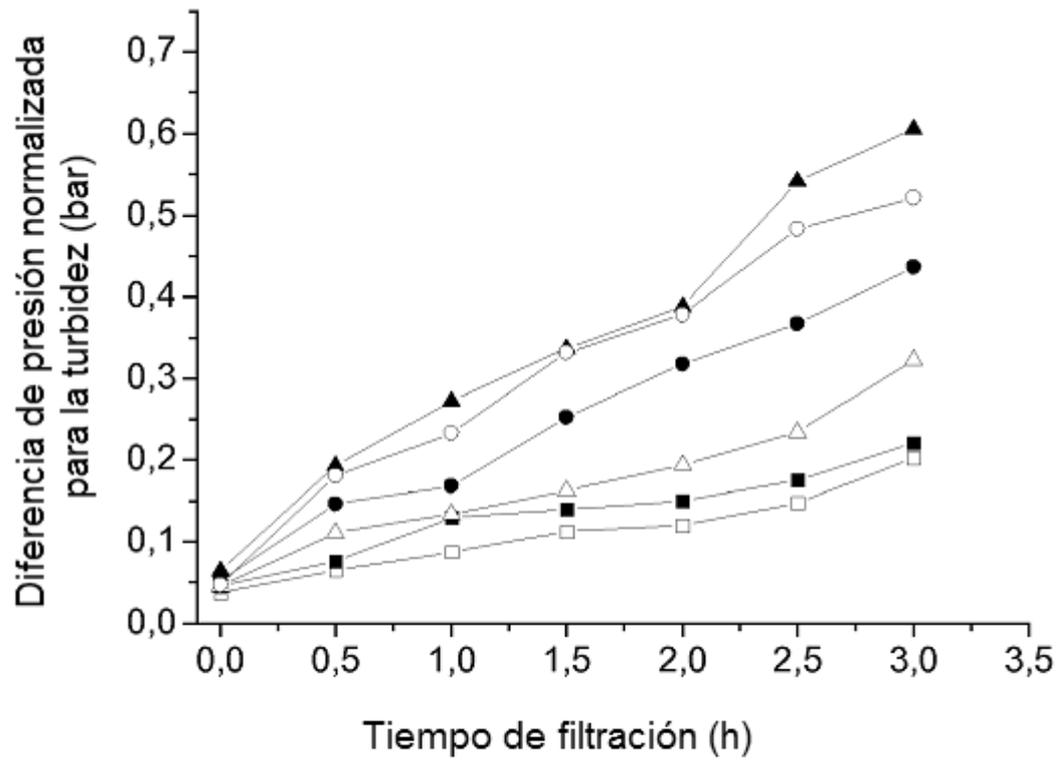


Figura 17/25

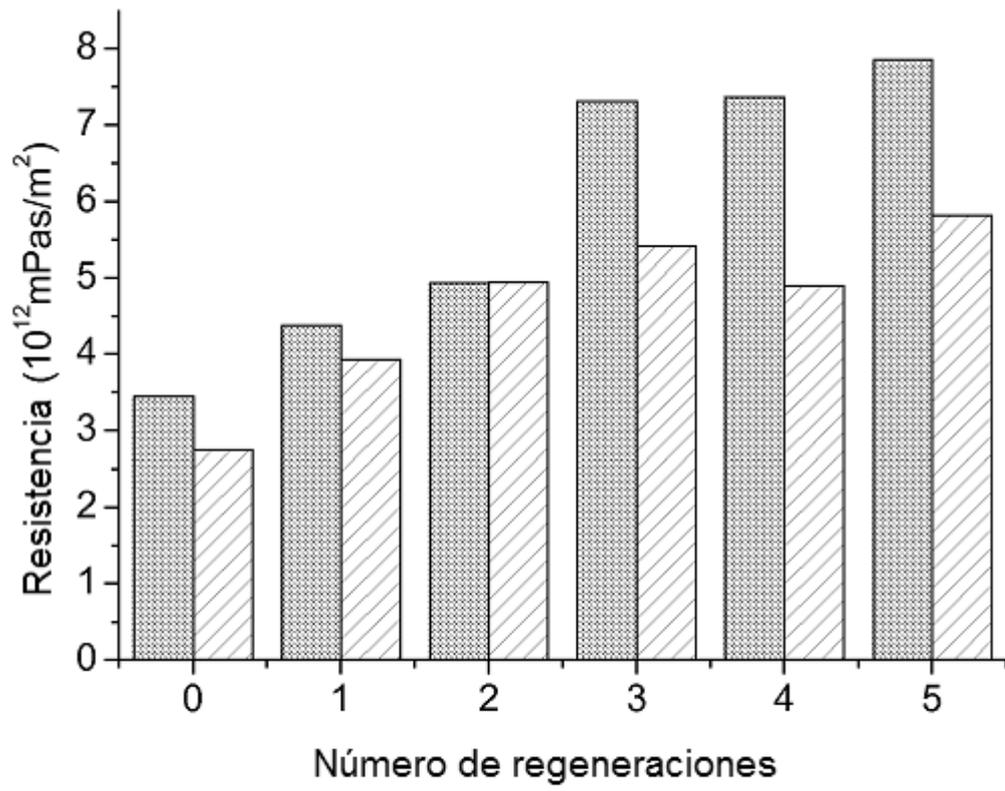


Figura 18/25

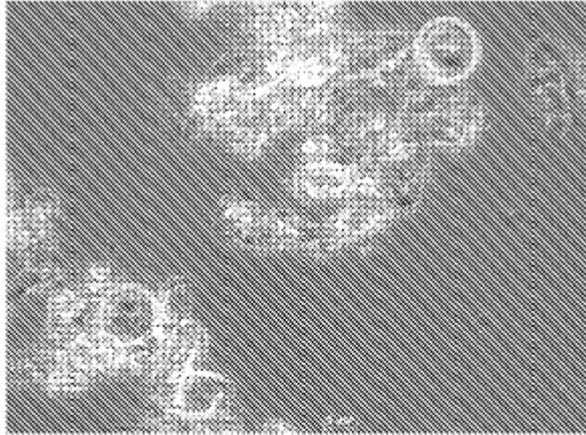


Figura 19/25

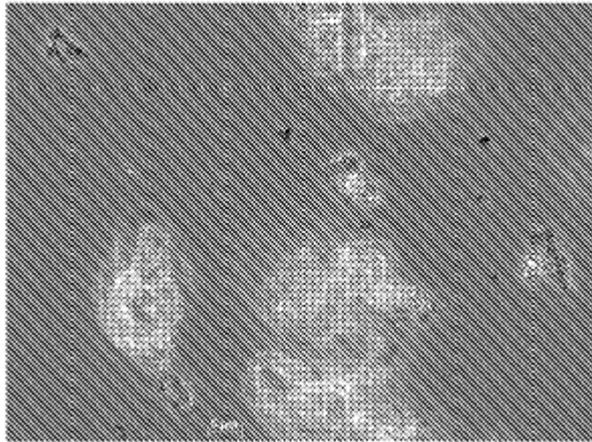


Figura 20/25

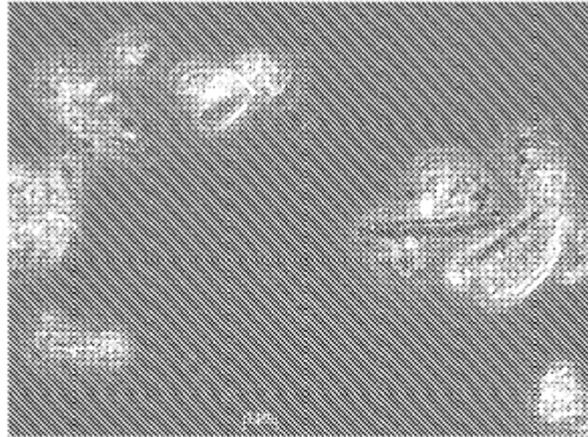


Figura 21/25

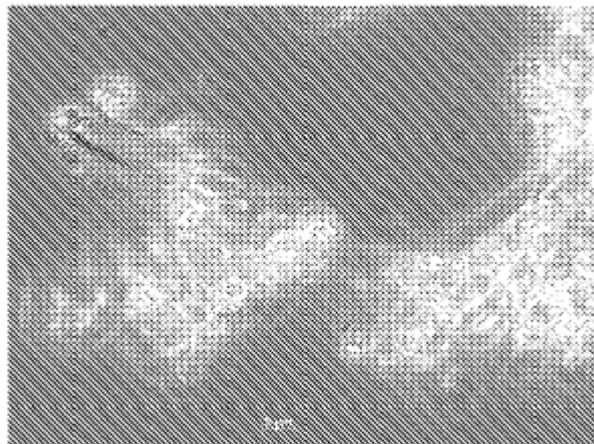


Figura 22/25

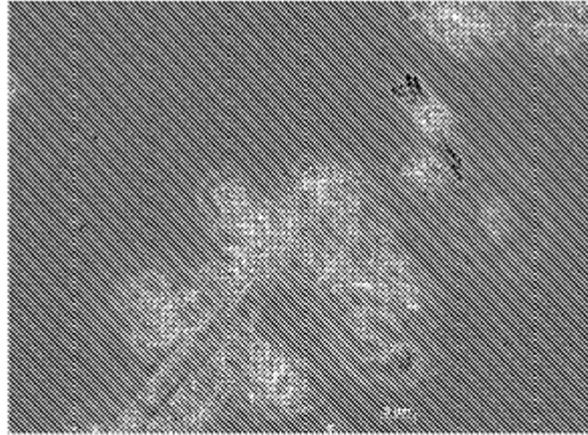


Figura 23/25

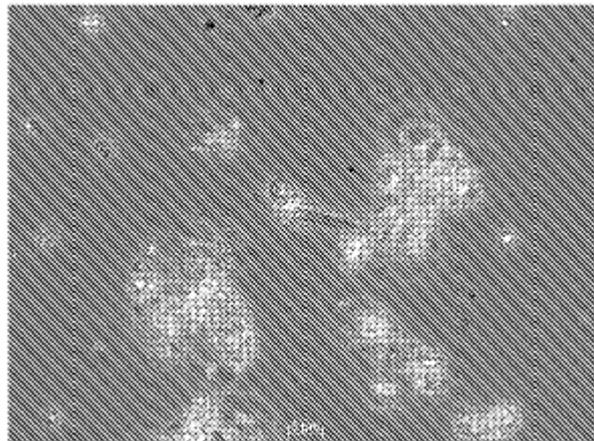


Figura 24/25



Figura 25/25