

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 739 981**

51 Int. Cl.:

F26B 17/10 (2006.01)

F26B 21/00 (2006.01)

F26B 25/10 (2006.01)

F26B 25/18 (2006.01)

B01D 1/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.10.2013** **E 17177667 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2019** **EP 3242100**

54 Título: **Procedimiento de concentración controlada y recuperación de sólidos**

30 Prioridad:

01.11.2012 IN 3175MU2012

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

05.02.2020

73 Titular/es:

SHAH, JANAK RAMANLAL (100.0%)
30 "Saujanya", 3RD N.S Road, Vallabh Nagar
Society, VJPD Scheme, Vile Parle (West)
Mumbai 400 056 Maharashtra, IN

72 Inventor/es:

TIWARI, MANOJ SHYAMNARAYAN y
SHAH, JANAK RAMANLAL

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 739 981 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 de concentración controlada y recuperación de sólidos

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de recuperación en un solo proceso de sólidos procedentes de soluciones, suspensiones, geles, semisólidos, y similares. Así mismo, el procedimiento puede ser utilizado para la concentración controlada de soluciones, suspensiones, geles, semisólidos, y similares. Dicho procedimiento se conoce a partir del documento JP-H-05220314A.

Antecedentes de la invención

10 La recuperación de sólidos a partir de soluciones, suspensiones, dispersiones, emulsiones, geles, semisólidos y similares comporta la retirada del disolvente y / o del medio portador mediante diferentes procesos que comportan evaporación, ósmosis inversa, ultrafiltración, pervaporización, concentración por congelación, clatración, etc. Dichos procesos se llevan generalmente a cabo utilizando diversos tipos de equipamientos, por ejemplo secadores de pulverización, secadores de tambor, secadores por congelación, secadores de espuma - mat, secadores de lechos de fluido, etc.

15 Los secadores de pulverización se utilizan habitualmente para recuperar los sólidos de las soluciones / suspensiones. De modo similar, los secadores de lechos de fluido se utilizan habitualmente para secar sólidos húmedos pero no pueden ser utilizados para la recuperación de sólidos de soluciones, dispersiones, suspensiones, emulsiones, geles, semisólidos y similares.

20 Los desafíos tecnológicos relacionados con el tratamiento de soluciones, suspensiones, dispersiones, emulsiones, geles, semisólidos y similares para la recuperación de sólidos sustancialmente secas consisten en la provisión de unos equipamientos / sistemas rentables que hagan posible unos procesos eficientes desde el punto de vista energético y que sean fáciles de operar. La presente invención da respuesta a este vacío tecnológico.

Definición

25 El término "sólidos sustancialmente secos", cuando se utiliza en la presente memoria, significará que la "pérdida en el secado" será inferior a un 10% en peso de los sólidos, de modo preferente inferior a un 5% en peso de los sólidos, de modo más preferente inferior a un 2% en peso de los sólidos y como máxima preferencia inferior a un 1% en peso de los sólidos dependiendo del tipo y naturaleza del material y del procedimiento utilizado para su determinación.

Objetos de la invención

30 El objeto principal de la invención es proporcionar un procedimiento de recuperación de sólidos para la recuperación de sólidos sustancialmente secas a partir de soluciones, dispersiones, suspensiones, emulsiones, geles, semisólidos y similares que permita operar con facilidad unos procesos eficientes desde el punto de vista energético, y rentables.

Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para un proceso único de mezcla para la concentración de soluciones, suspensiones, dispersiones, emulsiones, geles, semisólidos, así como el secado sustancial de los sólidos para su recuperación.

35 Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento que potencie el contacto entre la fase líquida y el medio gaseoso utilizado en el proceso para una transferencia térmica eficaz para la concentración y / o la recuperación controladas de sólidos especialmente secas a partir de soluciones, suspensiones, dispersiones, emulsiones, geles, semisólidos y similares.

40 Otro objeto más de la invención es proporcionar un procedimiento de uso de dicho sistema para concentración controlada y/o recuperación de sólidos sustancialmente secos en aplicaciones relacionadas con alimentos, nutracéuticos, productos naturales, farmacéuticos, químicos, etc.

Así de acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.

45 El medio líquido (solución / dispersión / emulsión / suspensión / gel / semisólido y similares) es llenado en dicho tercer recipiente, y haciendo que fluya un gas a presión (por ejemplo, aire) desde la base de dicho primer recipiente a través de dicho primer espacio anular hacia el interior de dicho segundo espacio anular y a continuación desde los pasos de la base de dicho tercer recipiente para su mezcla con el medio líquido, provocando que el disolvente se evapore y seque aún más los sólidos formados en el mismo sistema de recuperación.

50 En una realización del procedimiento, el gas a presión calentado, por ejemplo aire, a una temperatura y humedad adecuadas puede ser utilizado dependiendo de la naturaleza del disolvente / portador de la solución, suspensión, gel, dispersión, emulsión, semisólido, etc.

Descripción detallada de la invención

Las características y ventajas de la invención resultarán evidentes en la descripción detallada subsecuente y en las formas de realización preferentes con referencia a los dibujos que se acompañan.

5 El esquema del sistema usado en el procedimiento de la invención se ilustra en la **Figura 1**. Comprende un módulo **10** de recipiente, un medio **11** de presurización de gas, una cámara **12** de expansión, un alojamiento **13** de filtro, un orificio **14** de escape (extracción) de vapor.

10 El esquema del módulo **10** de recipiente se ilustra en la **Figura 2**. Comprende un primer recipiente **1** que está provisto de una base perforada o de una placa **20** de distribución de gas perforada para el paso de gas. La vía de flujo del gas, por ejemplo aire a presión, se indica en la **Figura 2** mediante la flecha **21** para una mejor comprensión. El segundo recipiente **2** está dispuesto dentro de dicho primer recipiente **1** para definir un primer espacio **22** anular entre el primero y el segundo recipientes así como para definir un espacio **23** entre la base **20** de dicho primer recipiente y la base **24** de dicho segundo recipiente **2**.

15 Dicho primer espacio **22** anular está cerrado sobre el lado **25** superior, como se ilustra en la **Figura 2**. La base **24** de dicho segundo recipiente **2** es sustancialmente plana o está provista de una placa sustancialmente plana. El tercer recipiente **3** está dispuesto dentro de dicho segundo recipiente **2** para definir una segunda cavidad / espacio **26** anular así como para definir el espacio **29** entre la base **28** de dicho tercer recipiente y la base **24** de dicho segundo recipiente. Dicho segundo espacio **26** anular está cerrado desde el lado **27** superior como se ilustra en la **Figura 2**. La base **28** de dicho tercer recipiente **3** está provista de una serie de perforaciones / pasos o está provista de una placa de distribución de gas con una serie de perforaciones / pasos.

20 En una de las formas de realización, dichos primero, segundo y tercer recipientes **1**, **2** y **3**, respectivamente, presentan una geometría frustocónica.

La base **20** de dicho primer recipiente **1** está conectado operativamente con la salida del medio de presurización de gas, por ejemplo un compresor o soplador. Dicho módulo **10** de recipiente está conectado operativamente a la cámara **12** de expansión y también al alojamiento **13** del filtro como se muestra en la **Figura 1**.

25 En operación, la solución / dispersión / emulsión / suspensión / gel / semisólido y similares se llenan dentro de dicho tercer recipiente **3**. El gas presurizado fluye desde la base **20** de dicho primer recipiente **1** a través de dicho espacio **23** y a continuación a través del primer espacio **22** anular desembocando en dicho segundo espacio **26** anular. A continuación, pasa desde los pasos situados en la base **28** de dicho tercer recipiente **3** para mezclarse con la solución / dispersión / emulsión / suspensión / gel / semisólido y similares, provocando que el disolvente se evapore y se sequen los sólidos resultantes para la recuperación final.

30 En una de las formas de realización, dicho tercer recipiente **3** está provisto de un conjunto de pasos inclinados configurados para distribuir gas en la masa del medio líquido (solución / dispersión / emulsión / suspensión / gel / semisólido y similares) para crear una turbulencia para potenciar el contacto entre el gas y el medio líquido para la transferencia térmica mejorada. En una de las variantes de esta forma de realización, los pasos están inclinados con respecto a la horizontal en un ángulo de 15° a 85°, de modo preferente de 25° a 75°.

35 Una de las configuraciones de dichos pasos de dicha base **28** se muestra en la **Figura 3**. Como se ilustra, solo un cuarto de la placa de distribución de gas se indica con la configuración de los pasos (los pasos individuales se indican mediante el número **50**). Dichos pasos pueden tener cualquier forma, por ejemplo ovalada, ovalada plana, rectangular, circular, cuadrada, elíptica o combinaciones de estas. La relación del grosor de dicha base **28** con respecto a la longitud del paso oscila entre 0,250 y 0,999.

40 La relación del área total de los pasos con respecto al área de la base oscila entre 0,01 y 0,50, de modo preferente entre 0,03 y 0,30, de modo más preferente entre 0,05 a 0,10.

En una forma de realización de la invención, dichos pasos están provistos de unos dientes en forma de sierra internos para obtener un movimiento de remolino en el gas que pasa a través de aquellos.

45 En otra forma de realización adicional, los pasos dispuestos en la base de dicho tercer recipiente presentan diversas secciones transversales por ejemplo redondas, ovaladas, ovaladas planas, rectangulares, cuadradas, etc.

En otra forma de realización adicional, se dispone una pluralidad de pasos sobre los lados de dicho tercer recipiente.

En otra forma de realización, hay más de tres recipientes dispuestos para crear más de dos espacios anulares entre ellos.

La invención proporciona además ejemplos no limitativos.

50 **Ejemplo 1:**

Se preparó una solución de 6kg de sacarosa en 25 kg de agua y 5 kg de acetona y se llenó en un tercer recipiente. El tercer recipiente estaba provisto de una placa de distribución de gas con unos pasos inclinados con respecto a la horizontal en un ángulo de 55°. El sistema fue precalentado con vapor de aire caliente y deshumidificado. El aire caliente a presión fue introducido en el sistema desde el fondo del primer recipiente y el proceso fue operado durante

aproximadamente 1,5 horas manteniendo el escape en marcha para eliminar del sistema los vapores del disolvente evaporado. La temperatura del aire de entrada fue aproximadamente de 60° C a 90° C lo que se tradujo en una temperatura del lecho aproximadamente de 30° C a 55° C y la temperatura del aire / vapor de salida aproximadamente de 30° C a 45° C. La solución se concentró gradualmente con la emergencia de los sólidos que se secaron como un lecho fluidizado hasta que el disolvente fue completamente retirado y se obtuvieron unos sólidos sustancialmente secos. El material sólido fue retirado y pesado. El rendimiento del proceso fue de un 96,3% y el contenido en humedad de los sólidos fue de ~0,7%.

Ejemplo 2:

Fueron añadidos 5 kg de semillas no parejas a 25 kg de agua purificada. La mezcla fue removida para obtener una dispersión que fue cargada dentro del tercer recipiente. El tercer recipiente estaba provisto de una placa de distribución de gas con unos pasos inclinados con respecto a la horizontal en un ángulo de 55°. Se llevó a cabo el proceso descrito en el ejemplo 1. Al final del proceso, el material sólido fue retirado y pesado. El rendimiento del proceso fue de ~95% y el contenido de humedad de los sólidos fue inferior a un 1,5%.

Ejemplo 3:

Fueron añadidos 0,400 kg de almidón a 1,5 kg de alcohol de isopropilo. La mezcla fue removida para obtener una dispersión que fue llenada en un tercer recipiente. El tercer recipiente estaba provisto de una placa de distribución de gas con unos pasos inclinados con respecto a la horizontal en un ángulo de 25°. El sistema fue precalentado con un flujo de aire caliente y deshumidificado. Se introdujo aire caliente presurizado en el sistema desde el fondo del primer recipiente y el proceso fue operado durante aproximadamente 1 hora manteniéndose el escape en marcha para retirar del sistema los vapores del disolvente evaporado. La temperatura del aire entrante fue de aproximadamente 60° C lo que se tradujo en una temperatura del lecho aproximadamente de 15° C a 55° C y la temperatura del aire / vapor de salida aproximadamente de 20° C a 45° C. La solución gradualmente se concentró con la emergencia de los sólidos que se secaron como un lecho fluidizado hasta que el disolvente fue completamente retirado y se obtuvieron sólidos sustancialmente secos. El material sólido fue retirado y pesado. El rendimiento del proceso fue de ~ 81% y el contenido en humedad de los sólidos fue de aproximadamente 5,2%.

Ejemplo 4:

Fueron añadidos 0,300 kg de povidona K30 a 0,13 kg de agua purificada. La mezcla fue removida para obtener un gel. El tercer recipiente estaba provisto de una placa de distribución de gas con unos pasos inclinados con respecto a la horizontal en un ángulo de 75°. Un talco purificado (0,007 kg) fue rociado (aplicado) a las paredes internas del tercer recipiente y a la superficie superior de la placa de distribución de gas. El gel preparado fue llenado en un tercer recipiente. El sistema fue precalentado con una corriente caliente para retirar del sistema los vapores del disolvente evaporados. La temperatura del aire entrante fue aproximadamente de 65° C a 85° C lo que se tradujo en una temperatura del lecho aproximadamente de 35° C a 70° C y la temperatura del aire / vapor de salida aproximadamente de 40° C a 65° C. La solución gradualmente se concentró con la emergencia de los sólidos que se secaron como un lecho fluidizado hasta que el disolvente fue completamente retirado y sustancialmente se obtuvieron sólidos secos. El material sólido fue retirado y pesado. El rendimiento del proceso fue de un 90% y el contenido de humedad de los sólidos fue de aproximadamente 2,8%.

Ejemplo 5:

Se añadieron 0,45 kg de lactosa a 4,89 kg de agua purificada. La mezcla fue recogida para obtener una solución que fue llenada en el tercer recipiente. El tercer recipiente estaba provisto de una placa de distribución de gas con unos pasos inclinados con respecto a la horizontal en un ángulo de 35°. El sistema fue precalentado con una corriente de aire caliente y deshumidificado. El aire caliente presurizado fue introducido en el sistema desde el fondo del primer recipiente y el proceso fue operado durante aproximadamente 3,5 horas manteniéndose el escape en marcha para retirar del sistema los vapores del disolvente evaporados. La temperatura del aire entrante fue de aproximadamente 45° C a 90° C lo que se tradujo en una temperatura del lecho aproximadamente de 25° C a 75° C y una temperatura del aire / vapor de salida aproximadamente de 30° C a 60° C. La solución gradualmente se concentró con la emergencia de los sólidos que se secaron como un lecho fluidizado hasta que el disolvente fue completamente retirado y se obtuvieron sólidos sustancialmente secos. El material sólido fue retirado y pesado. El rendimiento del proceso fue de un 91,75% y el contenido de humedad de los sólidos fue de 0,62%.

La invención descrita demuestra la eficacia de los sistemas diseñados que permiten la recuperación de sólidos de una mezcla procedentes de soluciones, emulsiones, dispersiones, suspensiones, geles, semisólidos y similares. Puede utilizarse un equipamiento adicional y el proceso puede ser utilizado para la concentración controlada de soluciones, suspensiones, dispersiones, emulsiones, semisólidos y geles y materiales similares.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de concentración controlada y/o recuperación de sólidos sustancialmente secos, en el que el procedimiento comprende:
- 5 a) proporcionar un sistema para la recuperación de sólidos sustancialmente secos, comprendiendo dicho sistema un módulo (10) de recipiente, unos medios (11) de presurización de gas, unos medios de extracción de gas y opcionalmente filtros, en el que dicho módulo de recipiente comprende un primer recipiente (1) que está provisto de una base (20) perforada para el paso de gas a presión, un segundo recipiente (2) dispuesto dentro de dicho primer recipiente (1) para formar un primer espacio (22) anular continuo también sobre los lados para definir un espacio (23) entre la base (20) de dicho primer recipiente y la base (24) de dicho segundo recipiente (2) para permitir un flujo de gas,
- 10 en el que dicho primer espacio (22) anular está cerrado sobre la parte (25) superior, en el que la base (24) de dicho segundo recipiente (2) presenta un fondo sustancialmente plano, un tercer recipiente (3) dispuesto dentro de dicho segundo recipiente (2) para definir un segundo espacio (26) anular continuo también sobre los lados para definir el espacio (29) entre la base de dicho tercer recipiente (3) y la base de dicho segundo recipiente (2),
- 15 en el que dicho segundo espacio (26) anular está cerrado desde la parte (27) superior, estando la base de dicho tercer recipiente (3) provista de unos pasos o perforaciones; estando la base (20) de dicho primer recipiente (1) conectada de manera operativa con la salida de la fuente de gas a presión,
- 20 estando dicho módulo (10) de recipiente integrado en un alojamiento (13) con los medios de extracción de vapor situados en la parte superior y un filtro opcional;
- b) llenar un medio líquido seleccionado de entre solución, dispersión, emulsión, suspensión, gel o semisólido en dicho tercer recipiente (3);
- c) hacer que un gas a presión fluya desde la base (20) de dicho primer recipiente (1) a través de dicho primer espacio (22) anular continuo en dicho segundo espacio (26) anular continuo y además desde los pasos en la base de dicho tercer recipiente (3) para mezclarse con dicho medio líquido;
- 25 d) provocar que el disolvente se evapore para concentrar el medio líquido y secar los sólidos en dicho sistema para recuperación.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el medio líquido es una solución.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el medio líquido es una dispersión.
- 30 4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el medio líquido es un gel.
5. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4, en el que por un conjunto de pasos inclinados en dicho tercer recipiente, dicho gas presurizado se distribuye en la masa del medio líquido para crear una turbulencia para potenciar el contacto entre el gas y el medio líquido para la transferencia térmica mejorada.
- 35 6. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 5, en el que dicho medio de presurización de gas es un compresor o un soplador.
7. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho gas presurizado es aire.

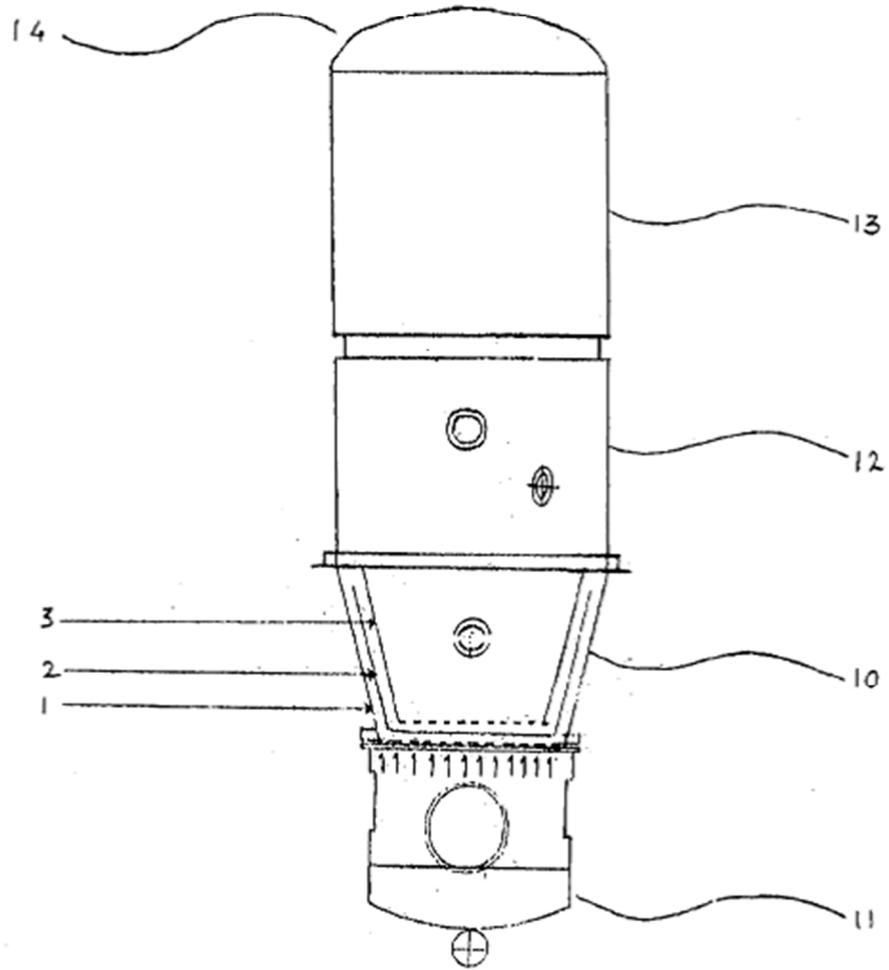


Figura 1

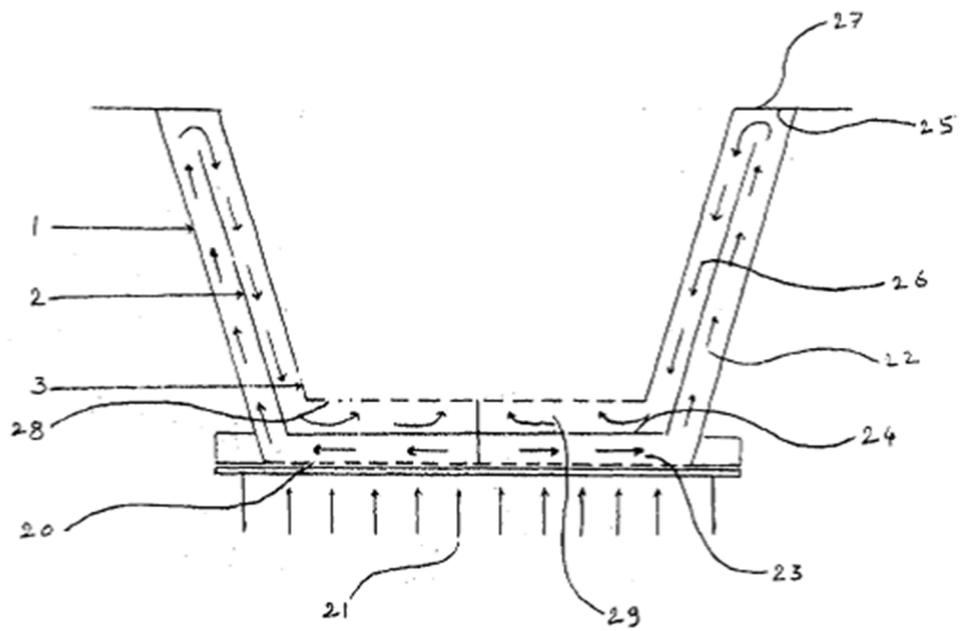


Figura 2

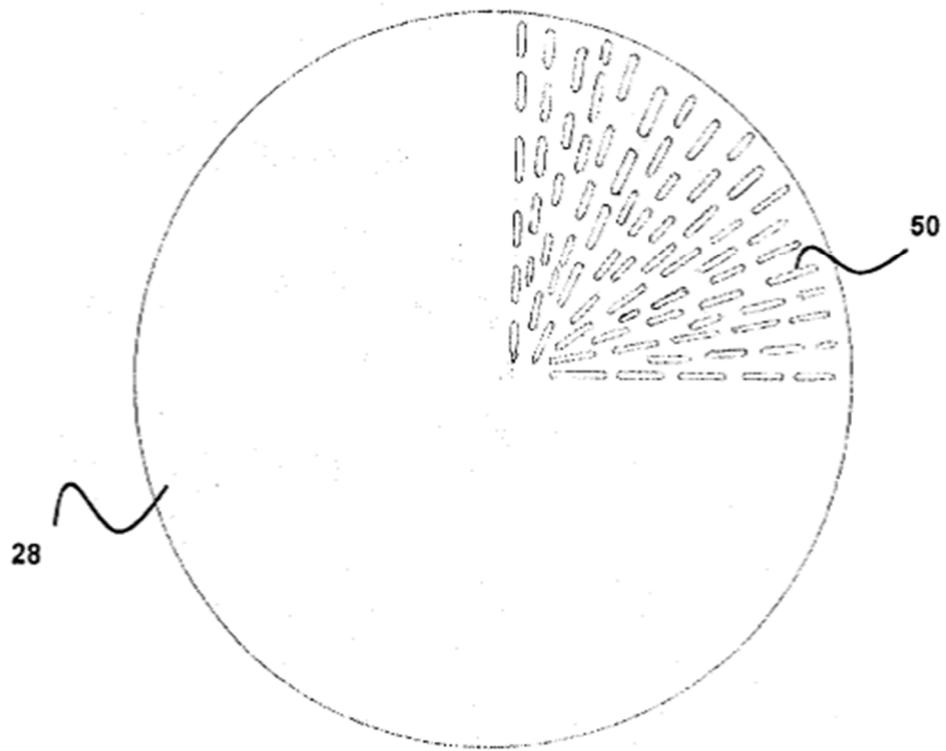


Figura 3