

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 805 779**

51 Int. Cl.:

B01D 37/00	(2006.01)
B01D 37/02	(2006.01)
B01D 39/06	(2006.01)
B01J 20/10	(2006.01)
B01J 20/14	(2006.01)
B01J 20/28	(2006.01)
B01J 20/32	(2006.01)
C12H 1/044	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.07.2016 PCT/US2016/044429**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **02.02.2017 WO17019845**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.07.2016 E 16831338 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2020 EP 3328515**

54 Título: **Ayudas de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento y métodos relacionados**

30 Prioridad:

29.07.2015 US 201562198474 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.02.2021

73 Titular/es:

**IMERYS FILTRATION MINERALS, INC. (100.0%)
1732 North First Street Suite 450
San Jose, CA 95112, US**

72 Inventor/es:

**FLEMING, ROBERT;
BIRMINGHAM, SCOT y
DIAS, NATHAN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 805 779 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

Ayudas de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento y métodos relacionados

5 Campo de la divulgación

La presente divulgación se refiere a ayudas de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento y métodos relacionados, y más particularmente, a ayudas de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento que incluyen un componente de filtración y un componente de adsorción que incluye sílice precipitada, y métodos relacionados.

10

Antecedentes

En muchas aplicaciones de filtración, un dispositivo de filtración incluye tanto un elemento de filtro, como un tabique, y un material de ayuda de filtro. El elemento de filtro puede ser de cualquier forma que soporte un material de ayuda de filtro, por ejemplo, un tubo cilíndrico o una estructura tipo oblea cubierta con una tela plástica o metálica de tejido suficientemente fino. El elemento de filtro puede ser una estructura porosa que tenga un elemento de filtro vacío para permitir que material de cierto tamaño pase a través del dispositivo de filtración. El material de ayuda de filtro incluye uno o más constituyentes de filtración, que pueden incluir polvos inorgánicos o materiales fibrosos orgánicos. Dichos materiales de ayuda de filtro pueden usarse en combinación con un elemento filtrante para mejorar el rendimiento de filtración. Los constituyentes de filtración para usar en un material de ayuda de filtro pueden incluir materiales, tales como, por ejemplo, tierra de diatomeas, perlita y celulosa. Como ejemplo, el material de ayuda de filtro puede aplicarse inicialmente al tabique del filtro en un proceso conocido como "prerrecubrimiento". El prerrecubrimiento generalmente implica mezclar una suspensión de agua y material de ayuda de filtro e introducir la suspensión en una corriente que fluye a través del tabique. Durante este proceso, se puede depositar una capa delgada, por ejemplo, de 1.5 milímetros a aproximadamente 3 milímetros de material de ayuda de filtro, en el tabique del filtro, formando así el dispositivo de filtración.

Durante la filtración de un fluido, el material de ayuda de filtro puede atrapar varias partículas en el fluido. Las capas combinadas de material de ayuda de filtro y las partículas y/o constituyentes a eliminar se acumulan en la superficie del tabique del filtro. Esas capas combinadas se conocen como "torta de filtro". A medida que se depositan más partículas y/o constituyentes y se acumulan en la torta de filtro, la torta de filtro puede saturarse con desechos hasta el punto en que el fluido ya no puede pasar a través del tabique del filtro.

Para contrarrestar la saturación, se puede utilizar un proceso conocido como "alimentación corporal". La alimentación corporal es el proceso de introducir material de ayuda de filtro adicional en el fluido que se filtrará antes de que el líquido llegue a la torta del filtro. El material de ayuda de filtro seguirá el camino del fluido sin filtrar y eventualmente llegará a la torta del filtro. Al llegar a la torta de filtro, el material de ayuda de filtro agregado tiende a unirse a la torta de filtro de la misma manera que el material de ayuda de filtro se adhirió al tabique del filtro durante el proceso de prerrecubrimiento. La capa adicional de material de ayuda de filtro puede hacer que la torta del filtro se hinche y engruese, y puede aumentar la capacidad de la torta del filtro para atrapar desechos adicionales. El material de ayuda de filtro tiene típicamente una estructura porosa abierta, que mantiene una estructura abierta en la torta de filtro, rehabilitando así la permeabilidad de la torta de filtro.

En el campo de la filtración de fluidos, muchos métodos de separación de partículas emplean materiales elegidos, por ejemplo, tierra de diatomeas, perlita expandida, vidrios naturales y materiales de celulosa, como constituyentes de filtración porosos. Esos materiales tienen estructuras intrincadas y porosas que pueden ser particularmente adecuadas para el atrapamiento físico efectivo de partículas en los procesos de filtración. Esas estructuras intrincadas y porosas crean redes de espacios vacíos que pueden dar como resultado partículas flotantes de medios de filtración que tienen densidades aparentes similares a las de los fluidos en los que están suspendidas. Se pueden emplear constituyentes de filtración porosos al mejorar la claridad de los fluidos. Los constituyentes de filtración porosa se pueden usar para eliminar partículas no deseadas de un fluido. Sin embargo, si bien es adecuado para la tarea de eliminar partículas por atrapamiento físico, dichos constituyentes de filtración porosa pueden no ser tan adecuados para eliminar partículas de un fluido mediante el proceso de adsorción.

Como se usa en el presente documento, "adsorción" se refiere a la tendencia de las moléculas de una fase de fluido ambiental a adherirse a la superficie de un sólido. Esto no debe confundirse con el término "absorción", que se produce cuando las moléculas de un fluido ambiental se difunden hacia un sólido, en lugar de adherirse a la superficie del sólido. Para lograr una capacidad de adsorción deseada, un componente adsorbente puede tener un área superficial relativamente grande, lo que puede implicar una estructura porosa fina.

60

Un método para usar un componente adsorbente es colocar el componente adsorbente en contacto con un fluido que contiene partículas y/o sustituyentes a ser adsorbidos, ya sea para purificar el fluido mediante la eliminación de las partículas y/o constituyentes, o para aislar las partículas y/o constituyentes para purificarlos.

65 La tierra de diatomeas es un sedimento enriquecido en sílice biogénico en forma de frústulas silíceas de diatomeas, una variedad diversa de algas microscópicas de células individuales. Esas frústulas son lo suficientemente

duraderas como para retener gran parte de su estructura microscópica durante largos períodos de tiempo geológico y mediante procesamiento térmico. Los productos de tierra de diatomeas tienen una estructura intrínsecamente intrincada y porosa compuesta principalmente de sílice. Esta característica los hace útiles en ayudas de filtro.

5 Como se usa en este documento, "turbidez" se refiere a la turbidez o turbidez de un fluido, donde la turbidez puede ser causada por partículas individuales que están suspendidas en el fluido. Los materiales que pueden hacer que un fluido se vuelva turbio incluyen, por ejemplo, arcilla, limo, materia orgánica, materia inorgánica y organismos microscópicos. La turbidez se puede medir usando un instrumento conocido como turbidímetro nefelométrico que emite un haz de luz a través de una columna del fluido que se está probando. Se coloca un detector perpendicular al haz de luz y se mide la dispersión de 90°. Un fluido que contiene un número relativamente grande de partículas suspendidas reflejará una mayor cantidad de luz que un fluido que contenga menos partículas. La turbidez medida de esta manera puede cuantificarse en unidades de turbidez nefelométrica ("NTU"). La turbidez también se puede medir mediante métodos gravimétricos.

15 Normalmente existe una compensación en la tecnología de ayuda de filtro entre la permeabilidad de los medios porosos utilizados como componente de filtración y sus capacidades de eliminación de turbidez. Los constituyentes de filtración se producen en grados en una amplia gama de clasificaciones de permeabilidad. A medida que disminuye la permeabilidad del componente de filtración, puede aumentar la capacidad del material de ayuda de filtro para eliminar partículas pequeñas, pero a menudo a expensas de un caudal más lento a través del material de ayuda de filtro. A la inversa, a medida que aumenta la permeabilidad del componente de filtración, la capacidad del material de ayuda de filtro para filtrar partículas puede disminuir y, en consecuencia, aumenta el flujo de fluido a través del material de ayuda de filtro. La medida en que esto tiene lugar puede depender del tipo y/o distribución de tamaño de partícula de las partículas suspendidas que se eliminan del fluido.

25 Actualmente se sabe que, a menos que se trate especialmente, algunos fluidos refrigerados, como, por ejemplo, la cerveza enfriada, pueden sufrir una reacción química que resulta en la producción de partículas insolubles. En tales reacciones químicas, se pueden formar enlaces de hidrógeno entre las proteínas activas con turbidez y/o los polifenoles en condiciones de enfriamiento. Las proteínas y/o polifenoles reaccionados pueden crecer en partículas grandes, lo que hace que el fluido se vuelva turbio, una condición también conocida como "bruma enfriada". La bruma enfriada puede ser indeseable tanto para los consumidores como para los cerveceros. La turbidez puede ser más pronunciada cuando el fluido se ha enfriado por debajo de la temperatura ambiente. En ciertos casos, como cuando las partículas son proteínas, a medida que aumenta la temperatura, los enlaces de hidrógeno que mantienen unidas a las proteínas pueden romperse. La "protección contra el frío" incluye un proceso para eliminar partículas que crean bruma enfriada en fluidos como la cerveza.

35 Por lo tanto, puede ser deseable desarrollar ayudas de filtro y métodos relacionados para fluidos a prueba de enfriado, como la cerveza, que no necesariamente sufren de posibles inconvenientes asociados con ayudas y métodos de filtro anteriores. Las ayudas de filtro y los métodos divulgados aquí pueden mitigar o eliminar uno o más de tales inconvenientes. El documento US8242050 B2 divulga un material de ayuda de filtro y un método que usa dicho material de ayuda de filtro para eliminar partículas y/o constituyentes de un fluido. El material de ayuda de filtro comprende al menos un componente adsorbente y uno de filtración.

Resumen

45 En la siguiente descripción, ciertos aspectos y realizaciones serán evidentes. Debe entenderse que los aspectos y realizaciones, en su sentido más amplio, podrían practicarse sin tener una o más características de estos aspectos y realizaciones. Debe entenderse que estos aspectos y realizaciones son meramente ejemplares. La presente invención se define en y mediante las reivindicaciones adjuntas.

50 De acuerdo con un primer aspecto, una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriado incluye un componente de filtración y un componente de adsorción que incluye sílice precipitada que recubre al menos parcialmente el componente de filtración. La ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro de al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, medido por adsorción de nitrógeno. El componente de filtración incluye tierra de diatomeas.

55 De acuerdo con aún otro aspecto, un método para eliminar partículas de un fluido incluye proporcionar una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriado. El la ayuda de filtro de material compuesto incluye un componente de filtración y un componente de adsorción que incluye sílice precipitada que recubre al menos parcialmente el componente de filtración. La ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro de al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, medido por adsorción de nitrógeno. El método incluye además prerrecubrir un elemento de filtro con la ayuda de filtro de material compuesto, y hacer pasar un fluido que contiene partículas para ser adsorbido a través del elemento de filtro recubierto.

65 De acuerdo con un aspecto adicional, un método para hacer un filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento incluye proporcionar un componente de filtración y al menos recubrir parcialmente el componente de

filtración con un componente de adsorción que incluye sílice precipitada. La ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro de al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, medido por adsorción de nitrógeno. El componente de filtración comprende tierra de diatomeas.

5 Aparte de las disposiciones establecidas anteriormente, las realizaciones podrían incluir una serie de otras disposiciones, como las explicadas más adelante. Debe entenderse que tanto la descripción anterior como la siguiente descripción son solo ejemplares.

10 Breve descripción de los dibujos

Los dibujos adjuntos, que se incorporan y constituyen una parte de esta descripción, ilustran varias realizaciones ejemplares y, junto con la descripción, sirven para explicar los principios de las realizaciones. En los dibujos

15 La figura 1 es un gráfico que muestra el volumen de poro incremental (cm³/gramo) frente al tamaño de poro promedio (nanómetros (nm)) para cuatro ayudas de filtro de material compuesto de muestra.

20 La figura 2 es un gráfico que muestra el volumen de poro incremental (cm³/gramo) frente al tamaño de poro promedio (nanómetros (nm)) para cuatro ayudas de filtro de material compuesto de muestra.

La figura 3 es un gráfico que muestra la correlación entre el volumen de poro de ayuda de filtro y la reducción de la bruma enfriada probada para cerveza BUDWEISER® de alta gravedad.

25 La figura 4 es un gráfico que muestra el tamaño de poro frente al ajuste de pH postreacción de las muestras de sílice precipitadas.

La figura 5 es un gráfico que muestra el volumen de poro de dos muestras de ayuda de filtro en función de la carga de sílice precipitada en tierra de diatomeas.

30 Descripción de realizaciones ejemplares

Ahora se hará referencia con más detalle a una serie de realizaciones ejemplares de las composiciones y métodos.

35 De acuerdo con algunas realizaciones, una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento incluye un componente de filtración y un componente de adsorción que incluye sílice precipitada que recubre al menos parcialmente el componente de filtración. La ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, medido por adsorción de nitrógeno. El componente de filtración incluye tierra de diatomeas. Como se usa en el presente documento, el término "ayuda de filtro de material compuesto" se refiere a un material que incluye al menos un componente de filtración y al menos un componente de adsorción que están asociados entre sí. De acuerdo con algunas realizaciones, la ayuda de filtro de material compuesto puede tener propiedades significativamente diferentes del componente de filtración o del componente de adsorción solo.

45 Sin desear limitarse a la teoría, se cree que la combinación mencionada anteriormente de una ayuda de filtro de material compuesto que tiene un volumen de poros de al menos 0,15 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, puede dar como resultado una protección contra el frío más eficaz de los fluidos, tal como, por ejemplo, la cerveza. Se cree que esta combinación puede dar como resultado la absorción de una cantidad aumentada o maximizada de proteínas activas de bruma enfriada (es decir, proteínas que se cree que causan bruma enfriada), mientras que no adsorbe significativamente otras proteínas deseables, tal como, por ejemplo, proteínas activas de espuma.

50 De acuerdo con algunas realizaciones, puede ser posible obtener tal combinación controlando el recubrimiento al menos parcial de la sílice precipitada en el componente de filtración. Por ejemplo, para realizaciones en las que la sílice se precipita in situ sobre el componente de filtración (por ejemplo, tierra de diatomeas), la reacción (durante y/o después de la reacción) puede controlarse controlando uno o más del pH de la reacción, porcentaje de sólidos de la reacción, y el porcentaje de sílice precipitado sobre el componente de filtración, para lograr la combinación deseada de volumen de poro y tamaño de poro promedio.

60 Las sílices precipitadas son una forma de dióxido de silicio no cristalino amorfo (SiO₂) que es típicamente poroso. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede ser una sílice precipitada. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede ser un gel de sílice. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede ser una sílice coloidal. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede ser una sílice pirógena. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede ser un humo de sílice. En algunas realizaciones, el componente de adsorción también se puede elegir entre silicatos. Ejemplos no limitantes de silicatos adecuados incluyen aluminosilicato, silicato de calcio y silicato de magnesio. En otras realizaciones más, el componente de

adsorción puede incluir alúmina. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede incluir un aluminosilicato. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede incluir una alúmina porosa.

De acuerdo con algunas realizaciones, la ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro de al menos aproximadamente 0.20 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, medido por adsorción de nitrógeno. Por ejemplo, la ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro de al menos aproximadamente 0.25 cm³/gramo con un tamaño de poro promedio que varía de 3 nanómetros y 15 nanómetros, o un volumen de poro de al menos aproximadamente 0.30 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros.

La ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro que varía desde al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros. Por ejemplo, la ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro que varía de al menos aproximadamente 0.20 cm³/gramo a aproximadamente 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, un volumen de poro de que varía de al menos aproximadamente 0.25 cm³/gramo a aproximadamente 0.35 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, o un volumen de poro que varía de al menos aproximadamente 0.25 cm³/gramo a aproximadamente 0.35 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros.

De acuerdo con algunas realizaciones, el tamaño medio de poro de la ayuda de filtro de material compuesto puede ser menor o igual a 15 nanómetros. Por ejemplo, el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto puede ser menor o igual a 12 nanómetros, o menor o igual a 10 nanómetros. De acuerdo con algunas realizaciones, el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto puede estar entre 3 nanómetros y 12 nanómetros. Por ejemplo, el tamaño de poro promedio de la ayuda del filtro de material compuesto puede estar entre 3 nanómetros y 10 nanómetros. De acuerdo con algunas realizaciones, el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto puede estar entre 5 nanómetros y 15 nanómetros. Por ejemplo, el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto puede estar entre 5 nanómetros y 12 nanómetros, o entre 5 nanómetros y 10 nanómetros.

Por ejemplo, la ayuda de filtro de material compuesto puede exhibir una reducción de la bruma enfriada de al menos 30%, al menos 35% o al menos 40%. La reducción de la bruma enfriada puede determinarse mediante la Prueba de Chapon (ISO 5725 (1, 6)).

De acuerdo con algunas realizaciones, el componente de adsorción se precipita in situ sobre el componente de filtración. Por ejemplo, la ayuda de filtro de material compuesto puede obtenerse haciendo reaccionar una dispersión de agua, el componente de filtración (por ejemplo, tierra de diatomeas) y silicato de sodio con ácido sulfúrico a un pH de 8.5, y luego enjuagando el material con agua y secándolo. De acuerdo con algunas realizaciones, la reacción puede controlarse para lograr un volumen de poro deseado (por ejemplo, un volumen de poro aumentado) en un intervalo de tamaño de poro deseado. Dichas realizaciones pueden dar como resultado una ayuda de filtro de material compuesto que tiene un volumen de poro deseado en un intervalo de tamaño de poro que aumenta o maximiza la reducción de la bruma enfriada en fluidos tales como cerveza. Por ejemplo, de acuerdo con algunas realizaciones, esto puede lograrse controlando uno o más del pH de la reacción (durante y/o después de la reacción), el porcentaje de sólidos de la reacción y el porcentaje de sílice precipitada sobre el componente de filtración (por ejemplo, tierra de diatomeas).

Al realizar la adsorción de nitrógeno, el área de superficie específica se puede calcular utilizando la teoría BET (Brunauer-Emmett-Teller), mientras que el tamaño de poro y el volumen de poro se pueden calcular utilizando la teoría BJH (Barrett-Joyner-Halenda).

La aplicación de la teoría BET a un componente adsorbente particular produce una medida del área superficial específica del material, conocida como "área superficial BET". El área de superficie BET puede medirse mediante cualquier técnica de medición apropiada conocida por los expertos en la materia. En algunas realizaciones, el área superficial BET se mide con un analizador de área superficial Gemini III 2375, usando nitrógeno como gas sorbente, de Micromeritics Instrument Corporation (Norcross, Ga., EE. UU.). Como se usa en este documento, "área de superficie" se refiere al área de superficie BET, a menos que se indique lo contrario.

De acuerdo con algunas realizaciones, la ayuda de filtro de material compuesto puede tener un área de superficie BET de al menos 50 m²/gramo. Por ejemplo, la ayuda de filtro de material compuesto puede tener un área de superficie BET que varía de al menos 50 m²/gramo a 500 m²/gramo, o que varía de al menos 75 m²/gramo a 250 m²/gramo.

Una técnica para calcular el tamaño de poro y el volumen de poro es la teoría de Barrett-Joyner-Halenda (BJH). La aplicación de la teoría BJH a un componente adsorbente particular produce una medida del volumen diferencial de poros en un rango de tamaños de poros. Como se usa en este documento, los volúmenes de poros se calculan utilizando la teoría BJH a menos que se indique lo contrario.

De acuerdo con algunas realizaciones, un área de superficie BET grande del componente de adsorción puede permitir que la ayuda del filtro de material compuesto reduzca el número de partículas y/o constituyentes que contribuyen a la turbidez del fluido. La ayuda de filtro de material compuesto puede atrapar partículas y/o constituyentes del fluido sin filtrar, lo que da como resultado que el fluido filtrado tenga menos partículas y/o constituyentes. Además, la turbidez de un fluido filtrado a través de las ayudas de filtro compuestas divulgadas en el presente documento puede ser menor que la turbidez de un fluido filtrado a través de una mezcla simple de un componente de adsorción y un componente de filtración, donde la proporción del componente de adsorción a componente de filtración en la mezcla simple es similar o incluso mayor que la proporción del componente de adsorción al componente de filtración de las ayudas de filtro de material compuestos descritos aquí. De acuerdo con algunas realizaciones, la turbidez de un fluido filtrado a través de las ayudas de filtro de material compuestos divulgadas aquí puede ser menor que la turbidez de un fluido filtrado a través de un material compuesto sinterizado térmicamente o químicamente unido de un componente de adsorción y un componente de filtración, donde la proporción del componente de adsorción al componente de filtración en el material compuesto sinterizado térmicamente o unido químicamente es similar, o incluso mayor, que la proporción del componente de adsorción al componente de filtración de las ayudas de filtro de material compuestos divulgadas aquí.

De acuerdo con algunas realizaciones, un método para eliminar partículas de un fluido incluye proporcionar una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento. La ayuda de filtro de material compuesto incluye un componente de filtración y un componente de adsorción que incluye sílice precipitada que recubre al menos parcialmente el componente de filtración. La ayuda de filtro de material compuesto puede tener un volumen de poro de al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros. El método incluye además prereducir un elemento de filtro con la ayuda de filtro de material compuesto, y hacer pasar un fluido que contiene partículas para ser adsorbido a través del elemento de filtro recubierto. De acuerdo con algunas realizaciones del método, el fluido incluye cerveza, y el método incluye eliminar partículas de la cerveza. El componente de filtración incluye tierra de diatomeas. De acuerdo con algunas realizaciones de este método, la ayuda de filtro de material compuesto incorporado en este método puede tener cualquiera de las características de los auxiliares de filtro de material compuesto descritos aquí.

Un método para fabricar una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriamiento incluye proporcionar un componente de filtración y, al menos, recubrir parcialmente el componente de filtración con un componente de adsorción que incluye sílice precipitada. La ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.15 a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros. El componente de filtración incluye tierra de diatomeas. De acuerdo con algunas realizaciones de este método, la ayuda de filtro de material compuesto incorporado en este método puede tener cualquiera de las características de las ayudas de filtro de material compuesto descritas aquí.

De acuerdo con algunas realizaciones del método, el componente de adsorción se precipita in situ sobre la superficie del componente de filtración. Como resultado de tales realizaciones, si bien las mezclas simples pueden segregarse tras la suspensión (por ejemplo, en fluido, traslado o transporte), la composición de ayuda de filtro que incluye al menos una ayuda de filtro de material compuesto puede retener tanto sus propiedades de adsorción como de filtración del componente. La precipitación in situ del componente de adsorción en el al menos un componente de filtración también puede tener propiedades superiores de adsorción y filtración que un compuesto sinterizado térmicamente o químicamente unido, por ejemplo, porque el proceso de precipitación in situ puede producir una ayuda de filtro que incluye al menos una ayuda de filtro de material compuesto, en el que el componente adsorbente se distribuye sustancialmente de manera uniforme sobre el componente de filtración y puede presentar un área superficial relativamente mayor para la adsorción. El área de superficie más grande puede permitir que la ayuda del filtro adsorba una fracción mayor de proteínas formadoras de bruma enfiada, lo que puede resultar en un nivel de turbidez más bajo para el fluido filtrado después del envejecimiento.

De acuerdo con algunas realizaciones del método, el recubrimiento al menos parcialmente del componente de filtración con sílice precipitada incluye precipitar la sílice precipitada in situ sobre el componente de filtración. "Silicato de sodio" se refiere en este documento a cualquiera de varios compuestos que incluyen óxido de sodio (Na₂O) y sílice (SiO₂). Dichas combinaciones pueden incluir, por ejemplo, orto-silicato de sodio (Na₄SiO₄), metasilicato de sodio (Na₂SiO₃) y disilicato de sodio (Na₂Si₂O₅). En algunas realizaciones, el silicato de sodio es un silicato de sodio basado en diatomita. En algunas realizaciones, el silicato de sodio está sustituido en su totalidad o en parte por al menos un silicato de amonio y/o al menos un silicato de metal alcalino, tal como, por ejemplo, silicatos de litio, sodio, potasio, rubidio y cesio. El silicato de sodio con una relación SiO₂/Na₂O de aproximadamente 3.2:1 y una concentración del 20 % se puede obtener, por ejemplo, de World Minerals, Inc. El silicato de sodio con una relación SiO₂ Na₂O de aproximadamente 3:1 y una concentración del 34.6 % se puede obtener, por ejemplo, de PQ Corp.

Algunas realizaciones del método pueden incluir la adición de una solución de silicato de sodio a una suspensión del componente de filtración, elevando el pH. La relación en masa de silicato de sodio al componente de filtración puede ser, por ejemplo, aproximadamente 1:3, pero se contemplan otras relaciones.

Entonces se puede agregar un ácido, o una sal del mismo, a la suspensión en una cantidad suficiente para aumentar la acidez (es decir, reducir el pH) de la suspensión a un intervalo de pH adecuado para la precipitación de

silíce. Se puede seleccionar cualquier ácido adecuado. En algunas realizaciones, el ácido puede ser ácido sulfúrico. En algunas realizaciones, el ácido puede ser ácido fosfórico. En algunas realizaciones, el ácido puede ser ácido clorhídrico, ácido nítrico y/o ácido acético.

5 A medida que disminuye el pH, la suspensión se puede agitar periódicamente hasta que se produzca la gelificación. Esto puede tomar de aproximadamente veinticinco a aproximadamente sesenta minutos, a un día o más, dependiendo de la acidez de la solución y la concentración de silicato de sodio en la suspensión. La suspensión puede entonces ser filtrada. Se puede agregar agua a la suspensión para facilitar la filtración. La torta resultante se puede lavar con agua. Luego, la torta puede secarse hasta que el exceso de fluido en la torta se haya evaporado.
10 Por ejemplo, la torta se puede secar a una temperatura que varía de aproximadamente 110 grados C a aproximadamente 350 grados C, aunque la torta misma permanecerá a temperaturas no mucho más altas que 100 grados C durante el secado debido a la presencia de humedad interna.

15 La cantidad de silicato de sodio agregado se puede elegir para controlar la distribución del tamaño de poro en la ayuda de filtro de material compuesto. Si bien aumentar el porcentaje de sílice precipitada generalmente actúa para aumentar la capacidad del material de ayuda de filtro para actuar como un adsorbente, generalmente actúa para disminuir su capacidad de actuar como material de filtro. Por el contrario, disminuir el porcentaje de sílice precipitada generalmente actúa para disminuir la capacidad del material de ayuda de filtro para actuar como un adsorbente al tiempo que aumenta su capacidad para actuar como material de filtro.

20 De acuerdo con algunas realizaciones, la cantidad del componente de adsorción en las ayudas de filtro de material compuesto puede comprender entre aproximadamente 5 % y aproximadamente 95 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender más de aproximadamente 10 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el
25 componente de adsorción puede comprender más de aproximadamente el 15 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender más de aproximadamente 25 % en peso de las ayudas de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender menos de aproximadamente el 40 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender menos de
30 aproximadamente 50 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender de aproximadamente 5 % y aproximadamente 40 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender de aproximadamente 15 % y 25 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total.

35 De acuerdo con algunas realizaciones, la cantidad del componente de filtración en la ayuda de filtro de material compuesto puede comprender entre aproximadamente 5 % y aproximadamente 95 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de filtración puede comprender más de aproximadamente 25 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de filtración puede comprender más de aproximadamente el 50 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el
40 componente de filtración puede comprender más de aproximadamente el 70 % en peso de la ayudas de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de filtración puede comprender menos de aproximadamente el 80 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de filtración puede comprender menos de aproximadamente 90 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el
45 componente de filtración puede comprender de aproximadamente 60 % a aproximadamente 95 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de filtración puede comprender de aproximadamente 75 % a aproximadamente 85 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total.

50 En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender de aproximadamente 5 % a aproximadamente 40 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total, y el componente de filtración puede comprender de aproximadamente 60 % a aproximadamente 95 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total. En algunas realizaciones, el componente de adsorción puede comprender de aproximadamente 15 % a aproximadamente 25 % en peso de la ayuda de filtro de material compuesto total, y el componente de filtración puede comprender de aproximadamente 75 % a aproximadamente 85 % en peso de la ayuda de filtro de material
55 compuesto total. En algunas realizaciones, la ayuda de filtro de material compuesto puede comprender una mayor cantidad en peso del componente de adsorción que el componente de filtración.

60 Después de la formación de la ayuda de filtro de material compuesto, de acuerdo con algunas realizaciones, la ayuda de filtro de material compuesto puede mezclarse con al menos un componente de filtración adicional. El al menos un componente de filtración adicional puede elegirse de cualquier componente de filtración adecuado previamente conocido o descubierto posteriormente, y puede ser el mismo o diferente del componente de filtración en la ayuda de filtro de material compuesto.

65 De acuerdo con algunas realizaciones, el método incluye controlar al menos uno de pH, porcentaje de sólidos y porcentaje de sílice precipitada durante la precipitación de la sílice precipitada sobre el componente de filtración. De acuerdo con algunas realizaciones, el método incluye controlar al menos uno de pH, porcentaje de sólidos y

porcentaje de sílice precipitada después de la precipitación de la sílice sobre el componente de filtración. De acuerdo con algunas realizaciones, el método incluye controlar al menos uno de pH, porcentaje de sólidos y porcentaje de sílice precipitada durante y después de la precipitación de la sílice sobre el componente de filtración.

5 Ejemplos

Se prepararon y probaron cuatro muestras de ayudas de filtro de material compuestos para determinar el volumen de poro en función del tamaño medio de poro. Las cuatro muestras incluyen una primera muestra (Muestra A) consistente con las realizaciones ejemplares divulgadas en este documento, y tres muestras (Muestras B-D) de ayudas de filtro de material compuesto convencional, la figura 1 es un gráfico que muestra el volumen de poro incremental (cm^3/gramo) frente al tamaño de poro promedio (nanómetros (nm)) para las cuatro muestras. Como se muestra en la figura 1, la Muestra A tiene un mayor volumen de poros en comparación con las ayudas de filtro de material compuestos convencionales probadas de las Muestras B-D. Se cree que el volumen de poro en el rango de 3 nanómetros a 15 nanómetros de tamaño de poro promedio es más efectivo para adsorber proteínas activas de bruma que en otros rangos de tamaño de poro promedio.

La muestra A también se comparó con un gel de sílice disponible en el mercado (muestra E) y dos muestras de ayuda de filtro de material compuesto adicionales (muestras F y G). La figura 2 es un gráfico que muestra el volumen de poro incremental (cm^3/gramo) frente al tamaño de poro promedio (nanómetros (nm)) para las Muestras A y E-G. Como se muestra en la figura 2, el gel de sílice de la Muestra E tiene el volumen de poro más alto, y su volumen de poro alcanza su pico en un tamaño de poro promedio de aproximadamente 15 nanómetros. Esto puede ser indeseable por al menos dos razones. Por ejemplo, el volumen de poro correspondiente en el rango deseado para la reducción de la bruma enfriada es menor que para la Muestra E, y a medida que los geles de sílice envejecen, los tamaños de poro aumentan. Como se mencionó anteriormente, se cree que un tamaño de poro promedio de aproximadamente 15 nanómetros está en el extremo superior del rango de tamaños de poro promedio más efectivos para reducir la bruma enfriada, que se cree que es de 3 nanómetros a 15 nanómetros. Por lo tanto, la muestra E puede no ser tan efectiva para reducir la bruma enfriada como la muestra 1, que tiene un volumen de poros que alcanza un punto medio entre el rango de tamaño de poro promedio deseado de 3 nanómetros a 15 nanómetros. Las muestras F y G tienen volúmenes de poro más bajos que la muestra 1, y los volúmenes de poro promedio de las muestras F y G alcanzan su punto máximo en el extremo inferior del rango de tamaño de poro promedio deseado para la reducción de la bruma enfriada. Por lo tanto, la muestra A puede ser más efectiva para reducir la bruma enfriada que las muestras E-G.

La Tabla 1 a continuación muestra datos relevantes para varias muestras de ayuda de filtro. Los datos incluyen datos relacionados con las reacciones que forman las muestras de ayuda del filtro, incluido el porcentaje de sólidos, el pH de la reacción, el ajuste del pH postreacción, el porcentaje de sílice precipitada y el tiempo de reacción. Los datos también incluyen la bruma enfriada (EBC) de los fluidos (es decir, cerveza) en los que se analizaron las muestras, el porcentaje de reducción de la bruma enfriada de la muestra y la cerveza, el volumen de poro medido de la muestra, el volumen de poro medido de la muestra medida entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, y el tamaño de poro de rango completo en nanómetros.

ID de reacción	Sólidos de reacción %	pH de reacción	Ajuste pH postreacción	Sílice precipitada	Tiempo de reacción (horas)	Bruma nfrida (EBC)	Reducción de la bruma enfrida (%)	Volumen de poro (cm ³ /g)[1.7-300 nm]	Volumen de poro (cm ³ /g)[3-15 nm]	Tamaño de poro de rango completo (nm)
Control						39.16				
Muestra 1	15	8.5	0	20	4	24.85	36.5	0.150	0.098	10.95
Muestra 2	15	8.5	0	20	24	26.18	33.1	0.170	0.116	10.86
Muestra 3	15	8.5	8.5	20	4	25.26	27.1	0.168	0.120	9.04
Muestra 4	15	8.5	8.5	20	24	25.85	25.4	0.180	0.132	8.23
Muestra 5	13.5	8.5	6	20	4	21.23	38.7	0.218	0.152	7.48
Muestra 6	15	8.5	6	20	4	23.42	40.2	0.234	0.148	6.48
Muestra 7	15	8.5	6	20	24	22.75	34.3	0.210	0.150	6.80
Muestra 8	17	8.5	6	20	4	21.00	39.4	0.206	0.146	6.39
Muestra 9	8	8.5	6	40	4	20.31	48.1	0.355	0.305	6.98
Muestra 10	10	8.5	6	40	4	20.73	47.1	0.358	0.313	7.41
Muestra 11	12	8.5	6	40	4	20.9	46.6	0.382	0.312	8.41
Muestra 12	13	8.5	6	40	4	20.54	47.5	0.402	0.314	9.51
100% Gel de Sílice						19.63	49.9	1.130	0.410	15.8

Tabla 1

5 Como se muestra en la Tabla 1, el Control es una ayuda de filtro de tierra de diatomeas calcinada (Celite Standard Super Cel, disponible de Imerys Filtration Minerals, Inc.), que proporciona una comparación para las Muestras 1-12. Las muestras 1-12 incluyen un componente de filtración (es decir, tierra de diatomeas) que tiene una sílice precipitada in situ sobre el componente de filtración de acuerdo con diferentes parámetros de reacción. Las muestras 1 a 4 no están de acuerdo con esta invención. Las muestras 1 y 2 no se sometieron a un ajuste de pH postreacción, sino tienen tiempos de reacción diferentes. Las muestras 3 y 4 se sometieron a un ajuste de pH postreacción para ajustar el pH a 8.5 y de acuerdo con diferentes tiempos de reacción. Las muestras 5 y 6 tienen diferentes sólidos de reacción y se sometieron a un ajuste de pH postreacción para reducir el pH a 6. Las muestras 7 y 8 tienen diferentes sólidos de reacción y tiempos de reacción, con un ajuste de pH postreacción inferior a 6. Las muestras 9 y 10 tienen diferentes sólidos de reacción con los mismos tiempos de reacción, con un ajuste de pH postreacción inferior a 6 y un mayor contenido de sílice precipitada (40 %) en relación con las muestras 1-8 (20 %). Las muestras 11 y 12 tienen diferentes sólidos de reacción con los mismos tiempos de reacción, con un ajuste de pH postreacción inferior a 6 y un mayor contenido de sílice precipitada (40 %) en relación con las muestras 1-8 (20 %).

20 Como se puede ver a partir de los datos de la Tabla 1, la reducción de la bruma enfrida es más alta en las Muestras 5-12, que tienen un volumen de poros de al menos aproximadamente 0.15 cm³/gramo o más en un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros. Las muestras 9-12, que incluyen 40 % de sílice precipitada, tienen la mayor reducción de la bruma enfrida y tienen un volumen de poro de al menos aproximadamente 0.3 cm³/gramo con un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros.

25 La figura 3 es un gráfico que muestra la correlación entre el volumen de poro de ayuda de filtro y la reducción de la bruma enfrida probada para cerveza BUDWEISER® de alta gravedad. Como se muestra en la figura 3, a medida que aumenta el volumen de poros, aumenta la reducción de la bruma enfrida.

La figura 4 es un gráfico que muestra el efecto del ajuste del pH postreacción sobre el tamaño de poro de las muestras de sílice precipitadas. Como se muestra en la figura 4, ajustar el pH de la ayuda del filtro de material compuesto postreacción afecta el tamaño de poro. Reducir el pH reduce el tamaño de poro.

- 5 La figura 5 es un gráfico que muestra el volumen de poro de dos muestras de ayuda de filtro en función de la carga de sílice precipitada en tierra de diatomeas. Como se muestra en la figura 5, el ajuste de la carga de sílice precipitada afecta el volumen de los poros, y el aumento de la carga se correlaciona con el aumento del volumen de los poros.
- 10 Otras realizaciones resultarán evidentes para los expertos en la materia a partir de la consideración de la especificación y la práctica de las realizaciones descritas en el presente documento, se pretende que la especificación y los ejemplos se consideren solo a modo de ejemplo.

REIVINDICACIONES

1. Una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriado que comprende:
- 5 un componente de filtración; y
- un componente de adsorción que comprende sílice precipitada que recubre al menos parcialmente el componente de filtración,
- 10 en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.15 cm³/gramo a 0.35 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros, además
- en la que el componente de filtración comprende tierra de diatomeas.
- 15 2. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.20 cm³/gramo a un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros o en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.25 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio que varía de 3 nanómetros y 15 nanómetros o en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.30 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio
- 20 entre 3 nanómetros y 15 nanómetros.
3. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro que varía de al menos 0.25 cm³/gramo a 0.30 cm³/gramo con un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros.
- 25 4. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que el tamaño promedio de poro de la ayuda de filtro de material compuesto es inferior a 15 nanómetros
- o
- 30 en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda del filtro de material compuesto es menor o igual a 12 nanómetros o
- en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto es menor o igual a 10
- 35 nanómetros.
5. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto está entre 3 nanómetros y 12 nanómetros o
- 40 en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto está entre 3 nanómetros a 10 nanómetros o
- en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto está entre 5 nanómetros y 15
- 45 nanómetros o
- en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto está entre 5 nanómetros a 12
- 50 nanómetros.
- en la que el tamaño de poro promedio de la ayuda de filtro de material compuesto está entre 5 nanómetros y 10
- 50 nanómetros.
6. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que el componente de adsorción se precipita in situ sobre el componente de filtración.
- 55 7. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un área de superficie BET de al menos 50 m²/gramo.
8. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un área de superficie BET que varía de al menos 50 m²/gramo a 500 m²/gramo o
- 60 en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un área de superficie BET que varía de al menos 75 m²/gramo a 250 m²/gramo.
9. La ayuda de filtro de material compuesto de la reivindicación 1, en la que la sílice precipitada comprende gel de sílice.
- 65

10. Un método para eliminar partículas de un fluido, el método comprende:

proporcionar una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriado que comprende

5 un componente de filtración que comprende tierra de diatomeas, y

un componente de adsorción que comprende sílice precipitada que recubre al menos parcialmente el componente de filtración, en la que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.15 cm³/gramo a 0.35 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros;

10

prerecubrir un elemento de filtro con la ayuda de filtro de material compuesto; y

haciendo pasar un fluido que contiene partículas para ser adsorbido a través del elemento de filtro recubierto en el que opcionalmente el fluido incluye cerveza.

15

11. Un método para hacer una ayuda de filtro de material compuesto a prueba de enfriado, el método comprende:

proporcionar un componente de filtración;

20

recubrir al menos parcialmente el componente de filtración con un componente de adsorción que comprende sílice precipitada,

en el que la ayuda de filtro de material compuesto tiene un volumen de poro de al menos 0.15 cm³/gramo a 0.35 cm³/gramo en un tamaño de poro promedio entre 3 nanómetros y 15 nanómetros en el que el componente de filtración comprende tierra de diatomeas.

25

12. El método de la reivindicación 11, en el que el recubrimiento al menos parcialmente del componente de filtración con sílice precipitada comprende precipitar la sílice in situ sobre el componente de filtración.

30

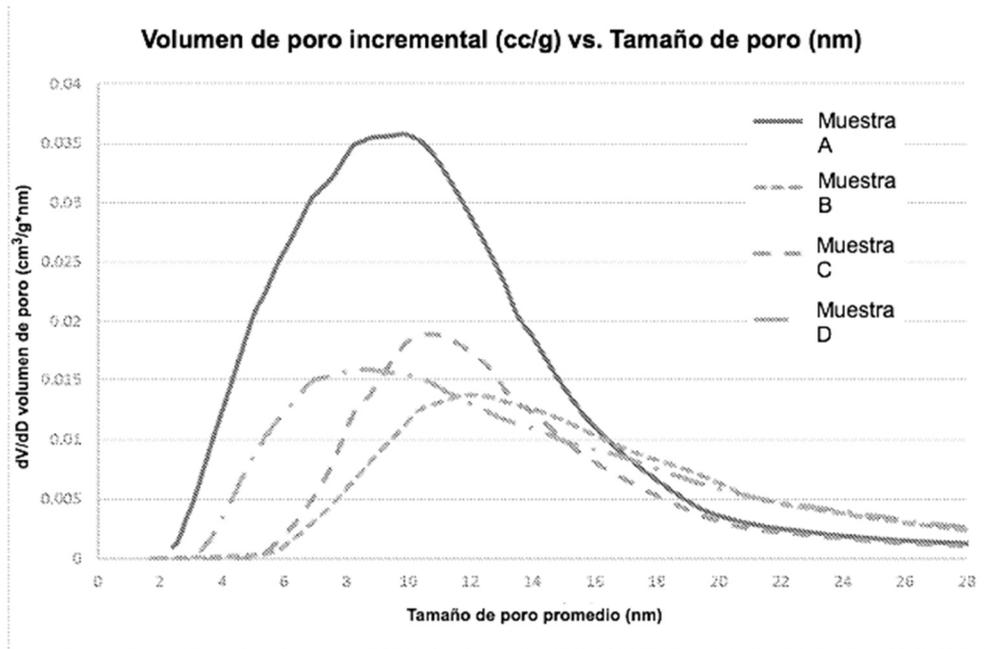


FIG. 1

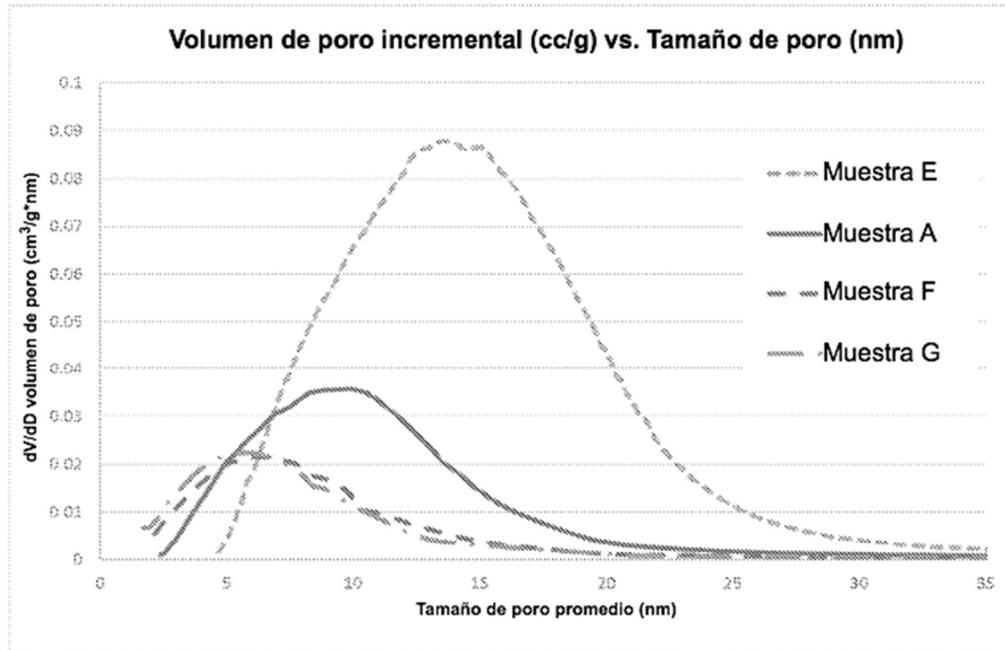


FIG. 2

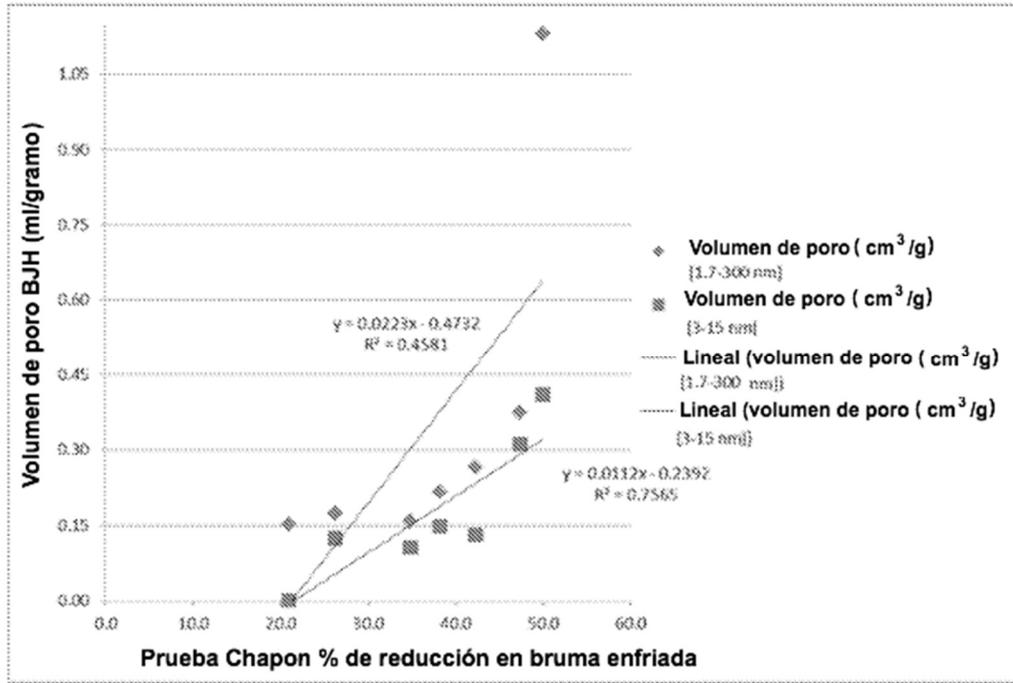


FIG. 3

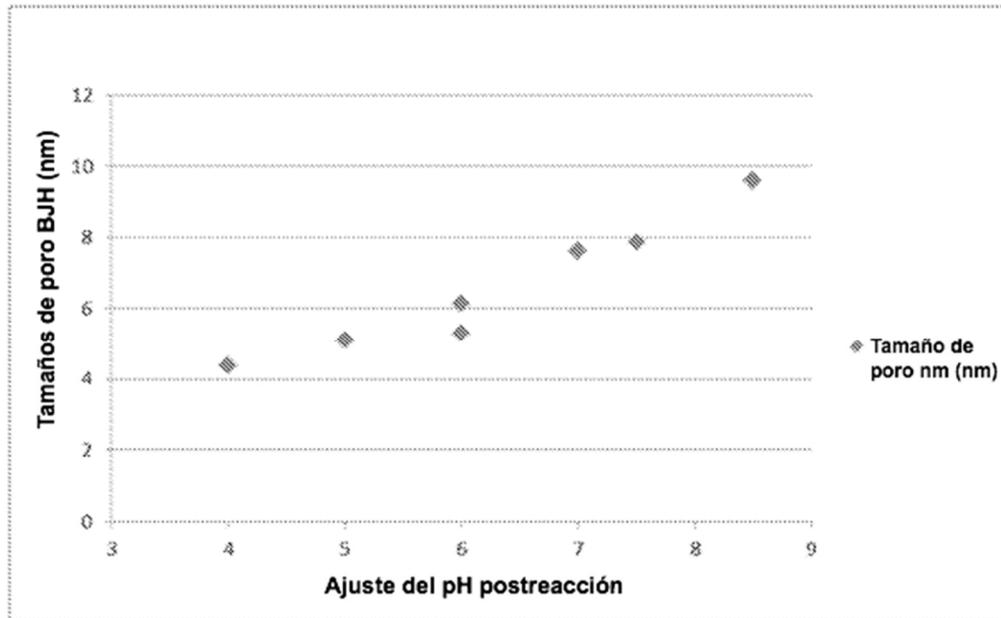


FIG. 4

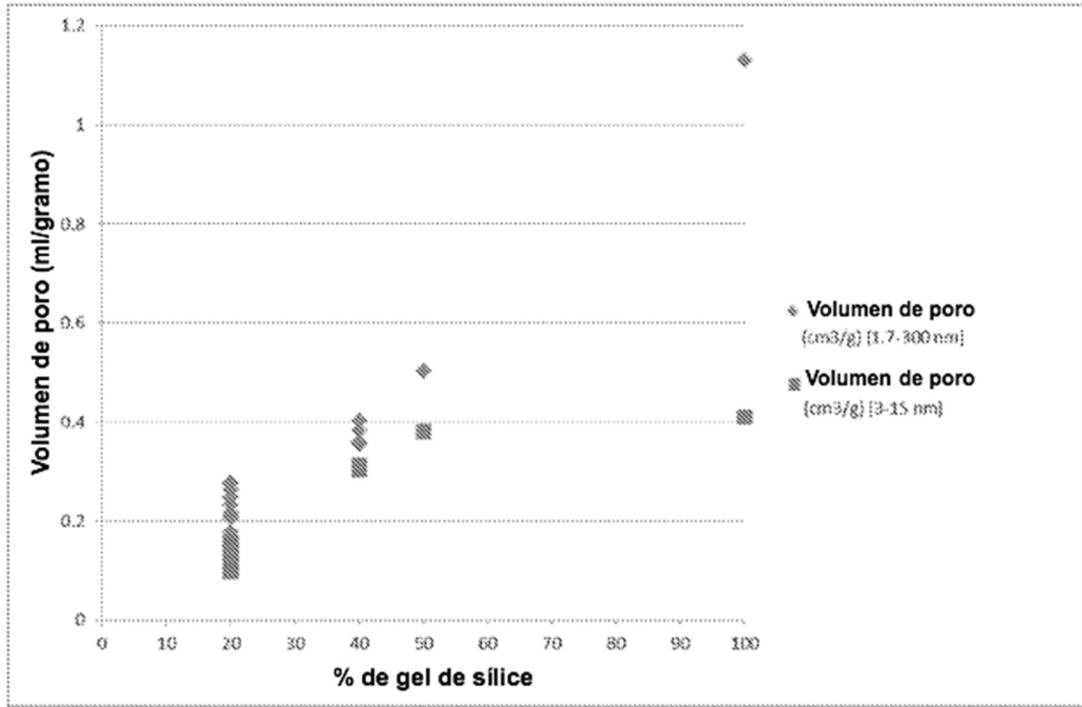


FIG. 5