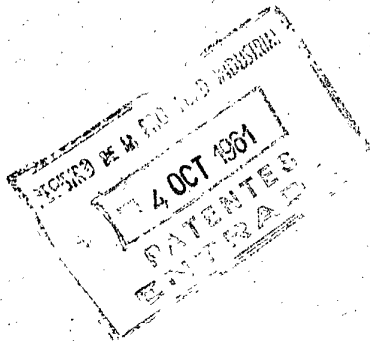


R-1335-8



270938

270938

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,  
sus territorios y plazas de soberanía, a  
favor de:

LABORATORIOS KNICKERBOCKER, S.A.E.

entidad española, domiciliada en Barcelona,  
calle Borrell núm. 158, relativa a:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LOS APARATOS PARA  
CRIOSECCACION".

=====



MEMORIA DESCRIPTIVA

27 093 8

La presente Patente de Invención se refiere, como se indica en su enunciado, a unos perfeccionamientos en los aparatos para criodesecación. - - - - -

5. Para la ejecución de los procesos de criodesecación, o liofilización, en virtud de los cuales se obtiene la deshidratación de determinados productos químicos y artículos diversos de condición perecedera, generalmente de origen biológico, se utilizan unos autoclaves en los cuales se produce el vacío. Estos aparatos se hallan acoplados a una cámara de congelación y, por su parte, disponen de un medio de calefacción; así, simultáneamente al efecto refrigerante que alcanza los  $-70^{\circ}$  C, los artículos depositados en el autoclave son sometidos a un efecto calorífico de hasta  $40^{\circ}$  C, por lo que los vapores exhalados por los artículos colocados dentro del autoclave se condensan sobre la superficie fría de dicha cámara. El efecto de deshidratación sería alcanzable sin aplicar tan bajas temperaturas, pero siendo preciso aplicar un apreciable desnivel térmico, las temperaturas máximas serían excesivamente elevadas y conducirían a la alteración de la naturaleza de los productos, especialmente de los más sensibles, siendo por ello necesario rebajar en lo posible el nivel mínimo. - - - - -
- 10.
- 15.
- 20.
25. El efecto de congelación se obtiene mediante un equipo refrigerante relacionado con la cámara correspondiente acoplada al autoclave. La emisión calorífica se realiza mediante resistencias eléctricas incorporadas en el autoclave, y el vacío en este último se alcanza median-

270938



30. te una máquina neumática relacionada con el dispositivo.

35. Los aparatos para criodesecación o liofilización empleados en la actualidad, adolecen de diversos inconvenientes, inherentes a su constitución material, entre los que descuellan el de que se precisan gruesas juntas de estanqueidad, que permitan el paso al interior del autoclave a los conductores eléctricos que alimentan a las resistencias de calefacción, al igual que otras juntas para el paso del capilar flexible del termómetro de control, además de que resulta prácticamente imposible seguir visualmente el curso de la operación. - - - - -

40. Examinadas debidamente cada una de estas dificultades se ha llegado a obtener una solución idónea para cada una de ellas y que, además, aporta nuevas ventajas que simplifican la instalación deshidratadora y hacen más cómoda la marcha del proceso de liofilización. Se trata de construir el autoclave con un cilindro de materia plástica transparente, singularmente el metacrilato de metilo, de manera que hace factible la calefacción de su interior mediante radiación infrarroja desde el exterior, cuya emisión ya no es interceptada por la envolvente del autoclave, por lo que se eliminan las juntas de estanqueidad. Además es posible observar la evolución del proceso de criodesecado y las indicaciones del termómetro. Al no tener instalación calefactora dentro del autoclave se evita la eventualidad de causar chispas de efectos nocivos. También es posible reducir el tiempo para obtener la deshidratación.

45. Los perfeccionamientos de referencia, según se exponen en la presente Patente de Invención, se caracteri-

50. -

55. -

270938



60.           zan porque los aparatos empleados constan de un autoclave, acoplado a una cámara de congelación, dentro del cual se disponen los artículos que se someten a deshidratación, la cual se alcanza congelando estos artículos, haciendo el vacío en el autoclave y generando un efecto calorífico, todo ello de modo que el cuerpo del autoclave es de materia transparente, singularmente metacrilato de metilo,

65.           inerte a las influencias ambientes, aportándose el efecto calorífico mediante un foco emisor de rayos infrarrojos dispuesto en el ámbito externo del autoclave, cuyos rayos atraviesan la cubierta permeable del cuerpo del autoclave y calientan los cuerpos contenidos en éste, estando dotado

70.           el autoclave de una tapa frontal practicable, de ajuste hermético, para el acceso a su interior, así como de un termómetro incorporado cuyas lecturas son registrables desde el exterior sin atravesar el cuerpo del autoclave.

75.           El autoclave dispone de un termostato tal que gobierna automáticamente la puesta en marcha y cese de la emisión infrarroja dentro de los límites de temperatura previstos dentro del autoclave. - - - - -

80.           La tapa de acceso al interior del autoclave es susceptible de construirse del mismo material empleado para el cuerpo de aquél, y también con otras materias distintas. - - - - -

85.           Los artículos colocados en el interior del autoclave para su tratamiento deshidratante, se disponen sobre una plataforma metálica que ejerce el efecto de pantalla impermeable para los rayos infrarrojos, de modo que captan a los mismos no interceptados por dichos artículos.

27 093,8 OCT.



90. El autoclave con cuerpo de materia transparente está acoplado por el extremo opuesto al de su tapa de accesibilidad interior, a una cámara de congelación, relacionada con el correspondiente equipo frigorífico. - - - - -

95. El autoclave con cuerpo de materia transparente dispone de un medio para producir el vacío en su interior, mediante conductos que lo unen al correspondiente equipo extractor. - - - - -

100. La regulación de límites de temperatura se lleva a cabo bien sea automáticamente a través de termostato, bien sea por mando directo, en orden a respetar dichos límites a efectos de la marcha de la operación deshidratante y para evitar efectos que alteren la naturaleza de los artículos tratados, y manteniendo en todo caso el desnivel térmico determinado por la emisión infrarroja y por la acción congelante. - - - - -

105. Para facilitar la comprensión de las ideas expuestas, dando a conocer al mismo tiempo diversos detalles de orden constructivo, se describe seguidamente una forma de realización de la presente Patente de Invención haciendo referencia a los planos que acompañan a esta memoria, los cuales, dado su fin primordialmente ilustrativo, deberán ser interpretados como desprovistos de todo alcance limitativo respecto a la amplitud de la protección legal que se solicita. En los dibujos : - - -

115. Figura 1, es una sección esquemática, en alzado de un aparato de los empleados usualmente para las operaciones de liofilización. - - - - -

270938



Figura 2, es una sección esquemática, en al-  
zado, de un aparato para liofilización de acuerdo con  
los perfeccionamientos presentados. - - - - -

120. Con referencia a dichas figuras y a los núme-  
ros que sobre las mismas indican cada una de las partes  
y detalles de los aparatos representados, su descripción  
es como sigue a continuación. - - - - -

125. En los aparatos conocidos hasta ahora, el auto-  
clave (1) tiene el cuerpo (2), generalmente cilíndrico,  
de metal. La cámara de congelación (3) está colocada al  
lado del autoclave (1) y tiene los conductos (4) y (5)  
para comunicación con la máquina refrigeradora y otro  
conducto (6) para la máquina realizadora del vacío. El

130. autoclave (1) tiene una tapa (7), cerrada herméticamente,  
y en su interior, donde se colocan los productos (8) a  
deshidratar, se halla un equipo de resistencias eléc-  
tricas (9), alimentadas mediante conexiones (10) que se  
introducen a través de juntas de estanqueidad (11).

135. Dichas resistencias producen la elevación de calor pre-  
vista para la marcha del proceso de liofilización. La  
temperatura interna se registra mediante un termómetro  
(12). - - - - -

140. Los inconvenientes de este aparato ya han sido  
expresados, derivándose principalmente del hecho de la  
opacidad de la cubierta del autoclave. - - - - -

En el nuevo aparato (13) el autoclave tiene  
su cuerpo (14) transparente, oonstruído a base de un  
material plástico como plexiglás (metacrilato de metilo),

270938



145. lucite u otros análogos, que a sus favorables condiciones mecánicas une las propiedades de ser inerte y atóxico, todo lo cual ofrece interés teniendo en cuenta que las sustancias que suelen tratarse en los aparatos de referencia son de origen biológico. No es conveniente el uso del vidrio, a pesar de sus buenas condiciones, dada su fragilidad. - - - - -

155. El autoclave (13), de sección circular como las más favorables, dispone de una tapa (15) provista, si se desea, de una ventana fija (16) de material transparente. - - - - -

160. El autoclave (13) está acoplado a una cámara de congelación (17) dotada de un doble paramento (18) entre el que se establece una circulación de alcohol a -70°C, enfriado por el equipo refrigerador (19) anexo a la misma y a través del conducto de entrada (20) y el de salida (21). - - - - -

El vacío en el aparato se logra mediante una bomba o máquina neumática (22), a través del conducto (23). - - - - -

165. En el interior del autoclave (13) se colocan los productos que deben ser criodesecados, los cuales pueden disponerse en diversos recipientes (24) situados sobre una plataforma (25). La aportación de calor se efectúa desde el exterior mediante lámparas de rayos infrarrojos (26), de modo que sus conexiones eléctricas (27) no están precisadas a penetrar en el aparato como ocurre en los aparatos corrientes, dada la circunstancia de que el cuerpo (14) es permeable a dichos rayos. - - -

Para el control de temperaturas dentro del

270938



175. autoclave se cuenta con un termómetro (28) cuya lectura es realizable directamente desde el exterior. En lugar, o además de este termómetro, puede aplicarse un termostato de modo que el control de las temperaturas pueda efectuarse de un modo automático después de fijados los diversos límites, máximo y mínimo, por lo que dicho termostato se relacionará con el gobierno del equipo refrigerador y con el circuito de la lámpara (26) emisora de rayos infrarrojos. - - - - -

185. La plataforma (25), para colocación de los artículos, será preferiblemente metálica con el fin de captar la parte de rayos infrarrojos no aprovechados por aquellos artículos, constituyendo una pantalla que al calentarse comunica este efecto a los recipientes (24) con lo que se utiliza aquella porción de emisión infrarroja que sería en pura pérdida. - - - - -

195. El proceso de criodesecación, como ha quedado ya referido, conduce a la deshidratación de productos para su conservación, la cual no sería posible de otro modo dada su alterabilidad. En el presente autoclave se realiza este proceso por la combinación de los efectos de congelación y de calentamiento, lo cual tiene lugar en el vacío para activar la evaporación. Los vapores producidos durante la deshidratación se condensan en las superficies de la cámara de congelación. - - - - -

200. Este aparato, aparte su gran interés en aplicaciones industriales y de laboratorio experimental, es muy conveniente para la enseñanza en los centros técnicos dada la posibilidad de seguir a simple vista la evolución del



fenómeno que en él tiene lugar. - - - - -

205. Por cuanto se ha expuesto se comprenderá que con el presente aparato se alcanzan todas las ventajas citadas en el comienzo de esta memoria y de cuantas han ido poniéndose de manifiesto en el curso de la misma, por lo que se eliminan cuantos inconvenientes han sido  
210. apuntados. - - - - -

Habiendo descrito suficientemente las características, ventajas y realización de los perfeccionamientos según la presente Patente de Invención, debe hacerse constar, en resumen, que en la misma prodrán introducirse  
215. cuantas variantes de detalle la experiencia y la práctica puedan aconsejar, en cuanto a dimensiones, número de piezas integrantes, materiales empleados en la construcción de las mismas, forma de acoplamiento mútuo y demás circunstancias accesorias, siempre que con ello no  
220. se desvirtúe su esencialidad, que es la que se concreta en la primera de las reivindicaciones que siguen, ya sea considerada aisladamente o junto con las reivindicaciones restantes. - - - - -

N O T A

225. Se declaran de novedad y propiedad para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

230. 1. Perfeccionamientos en los aparatos para criodesecación, caracterizados porque estos aparatos



constan de un autoclave de cuerpo de materia transparente, del tipo que comprende el plexiglas (metacrilato de metilo), el lucite y otros análogos, dentro del cual se disponen los artículos a tratar para su deshidratación, estando acoplado este cuerpo a una cámara de congelación provista de doble paramento dentro del cual tiene efecto una circulación de alcohol a una temperatura de unos -70° C obtenida en un equipo refrigerador anexo, produciéndose el vacío en el autoclave mediante máquina neumática, y aportándose el efecto calorífico dentro del mismo por medio de emisión infrarroja producida por lámparas situadas exteriormente, la cual alcanza el interior del aparato por la permeabilidad de su cuerpo, estando dispuesto dentro del autoclave un termómetro apto para ser leído desde el exterior, y siendo potestativa la incorporación de un termostato tal que, teniendo fijados los valores límites de la temperatura de régimen, determina la puesta en marcha y cese de la misma de los equipos anexos al autoclave en orden a mantener dicha temperatura. - - - - -

235. 2. Perfeccionamientos en los aparatos para criodesecación, según la reivindicación anterior, caracterizados porque el autoclave dispone de una tapa practicable para la accesibilidad de su cuerpo, la cual es susceptible de constituir una ventana transparente de la misma manera que el citado cuerpo. - - - - -

240.

245.

250.

255.

3. "PERFECCIONAMIENTOS EN LOS APARATOS PARA CRIODESECACION". - - - - -

Todo ello tal como se describe y reivindica en

270938



la presente memoria que consta de once hojas foliadas y  
260. mecanografiadas por una sola de sus caras, y de una  
lámina de dibujos que la ilustra.

64 OCT 1961

*Curry*

Fig. 1

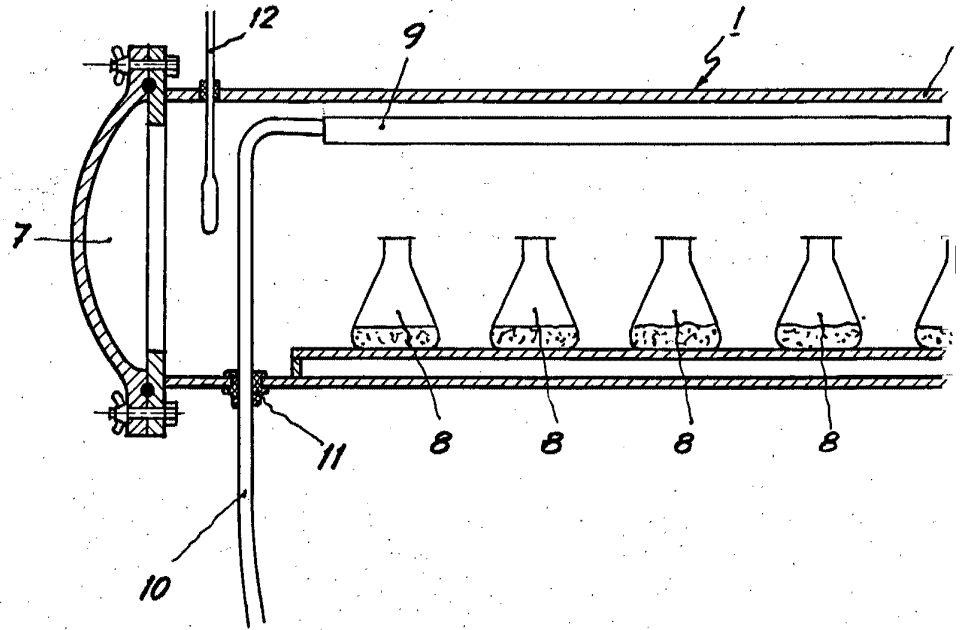
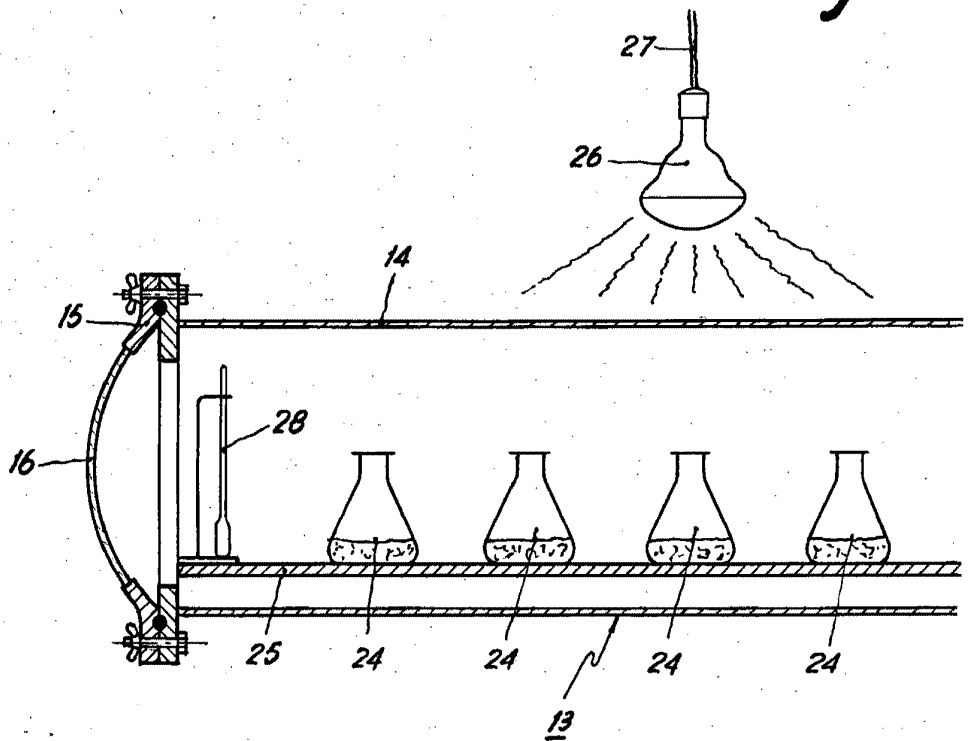
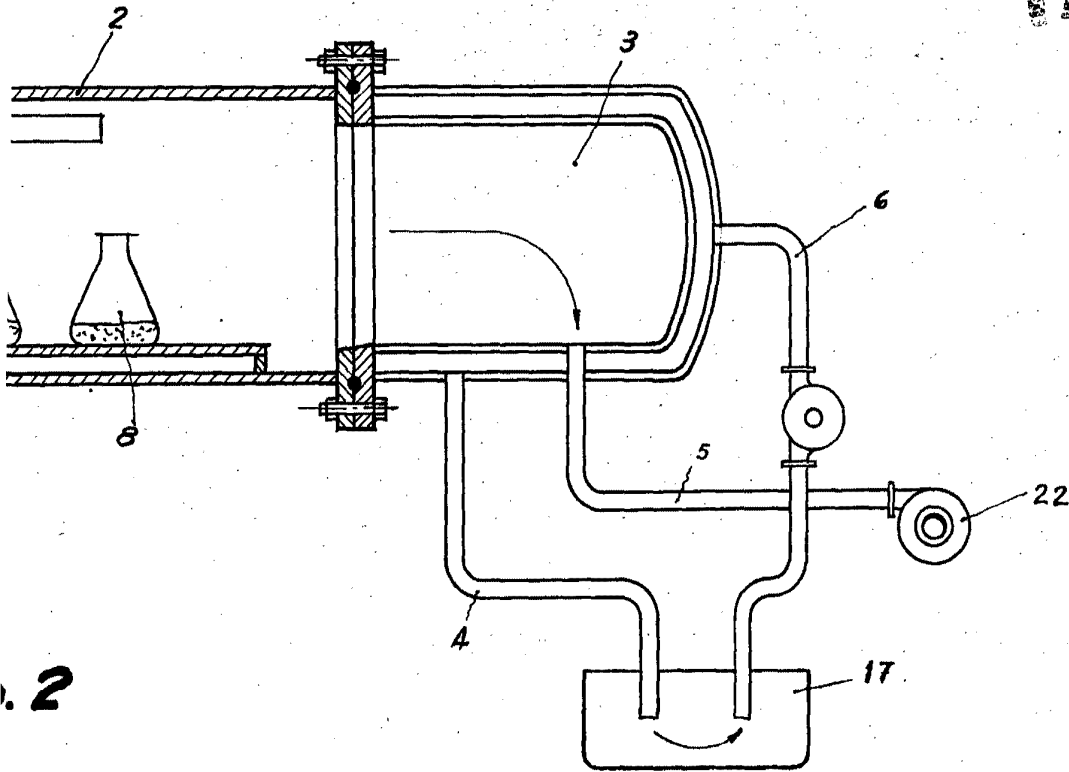


Fig. 2

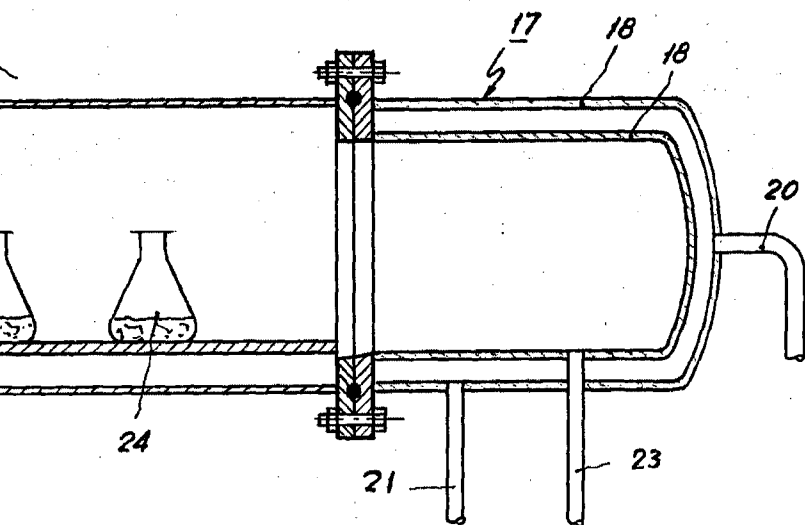


Escala variable

27 093 8



. 2



15 9 11 27 5041

*Arroyo*