

P.- 35.192

P.V. 62.372

Serie 1348



340731

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ETUDE
ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE"

entidad / ~~denominación~~ francesa

con domicilio en 75, Quai d'Orsay, Paris, Francia

por: "DISPOSITIVO COMBINADO DE CONGELACION Y DE CALEFACCION
UTILIZABLE ESPECIALMENTE EN LIOFILIZACION "
(Clase Internacional B01j)



La presente invención se refiere a un perfeccionamiento aportado a las instalaciones de liofilización.

5 Se sabe que la técnica de liofilización consiste en una desecación a partir de productos congelados a baja temperatura. La operación de deshidratación por sublimación endotérmica del hielo contenido en los productos tratados o del disolvente debe ser precedida normalmente, para poder hacerse, de una operación de congelación exotérmica.

10 Se han propuesto varias soluciones para obtener en una misma instalación de liofilización, sucesivamente una congelación del producto y una deshidratación del mismo por sublimación endotérmica.

15 La Patente francesa nº 1.415.793, del 18 de Septiembre de 1964, a nombre de Etablissements Bonnet, describe especialmente un dispositivo de congelación y de calefacción, que reúne el procedimiento rápido de congelación por conducción y el procedimiento de secado por calefacción por radiación. Este dispositivo está constituido por un conjunto metálico fijo, que comprende un bastidor en el cual están montadas una serie de tablillas horizontales o placas. Estas placas están provistas en su superficie inferior de una red de canalizaciones o serpentines, destinados a la circulación de los flúidos intermedios; siendo estos flúidos intermedios sucesivamente, durante la operación de congelación, agentes refrigerantes, y durante la operación de secado, agentes calentadores.

20 La patente italiana nº 503.637, del 20 de abril de 1953, a nombre de Quintilio Neri, describe también un dispositivo de congelación y de calefacción. Este dispositi



tivo está constituido por una placa bajo la cual está fijado un serpentín de circulación de fluido refrigerante, dispuesto por ejemplo en espiral e inmediatamente superpuesto bajo este primer serpentín, un segundo serpentín de circulación de fluido calentador.

5

Estos dispositivos conocidos no permiten obtener un intercambio térmico óptimo entre los fluidos de congelación o de calefacción y el recipiente que contiene el producto a liofilizar. Estos desperdicios caloríficos son debidos a la sucesión de los malos intercambios térmicos siguientes: entre el líquido criogénico y el serpentín (calefacción importante del líquido criogénico en el serpentín), entre el serpentín y la placa, y entre la placa y el recipiente que contiene el producto a liofilizar (en este caso, mal contacto sólido-sólido).

10

15

Los dispositivos en los cuales se efectúa un intercambio metal del serpentín-metal de la placa, entrañan pues un consumo suplementario de energía a lo largo de las operaciones de enfriamiento y de calentamiento con vistas a la desecación. Además, la disposición de los serpentines bajo la cara inferior de las placas provoca un tiempo de enfriamiento y de calentamiento relativamente prolongado. Esta disposición de los serpentines disminuye igualmente la resistencia del conjunto del dispositivo a una eventual presión exterior.

20

25

Se ha encontrado, según la presente invención, un dispositivo combinado de congelación y de calefacción utilizable especialmente en liofilización que permite paliar los inconvenientes precedentemente citados. Este dispositivo perfeccionado permite obtener un reparto homogéneo de la

30



temperatura sobre la superficie superior de la placa, tanto en el curso de la congelación como de la sublimación del producto a liofilizar. Este nuevo dispositivo aumenta el intercambio térmico entre la fuente de energía y la placa y conduce así a una reducción del consumo de energía a lo largo del enfriamiento y del calentamiento y a una reducción de la duración de estas mismas operaciones.

5

10

Este dispositivo perfeccionado permite realizar un intercambio directo muy bueno entre la fuente energética y la placa, y presenta una excelente resistencia a una presión exterior.

15

20

Este nuevo dispositivo combinado de congelación y de calefacción, constituido por una placa metálica, está caracterizado porque esta placa presenta una cavidad interna, destinada a recibir el fluido frigorígeno, parcialmente ocupada por masas metálicas unidas a la cara interna de la parte superior de la placa, regularmente repartidas sobre esta última y en el fluido frigorígeno, mientras que en su cara externa plana está incluido un medio de calefacción.

25

30

Las masas metálicas conductoras que delimitan los espacios libres de la cavidad pueden estar constituidas por pantallas, varillas o tabiques.

Estas masas metálicas pueden estar unidas a la cara interna de la parte superior de la placa por cualquier medio que permita asociar íntimamente piezas metálicas, tales como encajado, soldadura, etc. Estas masas metálicas pueden también ser partes integrantes de la parte superior de la placa; según este modo de realización, la propia masa del metal de la cara interna de esta parte superior



está ahuecada por profundos surcos.

La estructura de la placa según la invención le confiere una resistencia a la presión exterior que puede ser elevada. La disposición de las masas metálicas que delimitan los espacios libres permite una excelente distribución del flujo de calor en el interior de la placa. Los espacios libres delimitados por las masas metálicas conductoras constituyen un depósito de líquido suficientemente importante para evitar el arrastre del fluido frigorígeno por calefacción, fenómeno que transformaría el intercambio sólido-líquido realizado en un intercambio gas-sólido muy desfavorable.

El circuito de circulación del fluido frigorígeno está constituido por un tubo de introducción dispuesto en un punto cualquiera de la placa, unos canales de distribución del fluido sobre la cara inferior de la cavidad, dispuestos en la base de las masas metálicas que delimitan los espacios libres de la cavidad, la cavidad y unos colectores de evaporación del fluido gaseoso, dispuestos en la parte superior de las masas metálicas, que conducen al exterior de la cavidad.

El medio de calefacción, incluido en la cara superior plana, es de preferencia una resistencia eléctrica aislada.

Para obtener un intercambio calorífico máximo entre la cara superior rectificada de la placa y el recipiente que contiene el producto a liofilizar, el recipiente de metal conductor, de fondo rectificado, es mantenido en contacto con la placa, por una presión mecánica.

El dispositivo combinado de congelación y de cale-



facción según la invención es utilizable en toda instalación de liofilización, cualquiera que sea la forma geométrica de su sección. Cada cámara de liofilización puede contener una o varias placas.

5 El dispositivo de la invención se adapta a cualquier técnica de liofilización, tal como la que comprende una fase de desecación bajo vacío, así como a la desecación bajo presión. Según la naturaleza del producto a liofilizar, se puede utilizar cualquier fluido frigorígeno
10 conveniente.

A título de ejemplo no limitativo, se da a continuación la descripción de un modo de realización del dispositivo de la invención.

15 La figura 1 del dibujo adjunto da la representación de un corte vertical de este dispositivo según el eje AB como indica la figura 2 del dibujo adjunto.

Según un modo preferido, esta placa es circular, realizada en cobre. Se compone de dos partes (1 y 2) que se encajan perfectamente una en otra y soldadas para obtener
20 la estanqueidad. La partes inferior (2) está formada por una cavidad destinada a recibir el fluido frigorígeno, La parte superior, sobre su cara interna, está ahuecada en la masa del metal por profundos surcos concéntricos (3). Los
25 amplios surcos (3) así delimitados por los tabiques concéntricos (4) constituyen un depósito de líquido suficiente - mente amplio para evitar el arrastre del fluido frigorígeno por calefacción.

El fluido frigorígeno penetra en (11) por el centro de la parte inferior de la placa (7) y se reparte sobre
30 la cara inferior de la cavidad en (3) por intermedio de los



canales (5) ahuecadas radialmente en las coronas concén-
tricas (4) en su base. Las evaporaciones del flúido frigo-
rígeno son tomadas por los colectores (6) radiales situa-
dos en lo alto de la cavidad, y son evacuadas en (12) por
5 un tubo concéntrico (8) al tubo de alimentación (7) de
flúido frigorígeno.

La figura 2 del dibujo adjunto representa un cor-
te transversal de la placa según un plano CD indicado en la
figura 1.

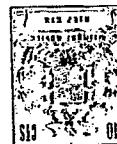
10 La figura 2 pone en evidencia la posición radial
de los colectores (6), así como su terminación en la eva-
cuación (8), y la disposición de los canales de reparto del
flúido en los tabiques concéntricos (4).

En la parte superior plana (1) rectificada, de
15 la placa representada en la figura 1 del dibujo adjunto,
una resistencia eléctrica (9) está incluída en un surco
(10), que llena totalmente, y está dispuesta en espiral.
Esta disposición particular de la resistencia permite un re-
parto homogéneo de la temperatura durante el calentamiento
20 con vistas a la desecación. La medida de temperatura se
determina por un termopar (13).

Se dan a continuación las condiciones de ensayo
de semejantes dispositivo combinado de congelación y cale-
facción en un liofilizador de anhídrido carbónico.

25 La placa de cobre de un diámetro de 30 centíme-
tros aproximadamente, está refrigerada por nitrógeno líqui-
do.

Los ensayos de congelación y de recalentamiento
se realizan a presión atmosférica en liofilizador abierto;
30 la alimentación de nitrógeno líquido está asegurada por un



depósito de 25 litros sometido a presión, por el nitrógeno. Las presiones de compresión durante los ensayos han sido de 0,3 0,4 y 0,5 bares. El circuito de calefacción está alimentado por un transformador variable de 0 a 220
5 voltios.

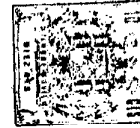
Las curvas (I) y (II) de la figura 3 del dibujo adjunto dan el tiempo de enfriamiento en función de la compresión del nitrógeno líquido. La compresión (P) del nitrógeno líquido en bares se lleva en abscisas, mientras
10 que el tiempo en minutos (t) se lleva en ordenadas.

La curva (I) corresponde al tiempo de enfriamiento de $+ 100^{\circ}\text{C}$ a 186°C , según la compresión del nitrógeno y la curva (II) corresponde al tiempo de enfriamiento de $+ 20^{\circ}\text{C}$ a $- 186^{\circ}\text{C}$.

En el caso de un enfriamiento de $+ 20^{\circ}\text{C}$ a 186°C ,
15 a 0,5 bares, la duración de esta operación es de aproximadamente 13 minutos, mientras que es de 24 minutos a una compresión de 0,3 bares. La duración de enfriamiento de $+ 100^{\circ}\text{C}$ a 186°C es de aproximadamente 23 minutos a 0,5
20 bares y de 39 minutos a 0,3 bares.

La curva de la figura 4 del dibujo adjunto da el tiempo de recalentamiento de 186°C a 100°C en función de la tensión. El tiempo (t) en minutos se lleva en ordenadas, y la tensión (V), que varía de 70 a 240 voltios, se lleva
25 en abscisas. Esta curva indica que con una tensión de 220 voltios, la duración de recalentamiento es de 8 minutos, mientras que es de aproximadamente 24 minutos con una corriente de 110 voltios.

El diagrama de la figura 5 del dibujo adjunto de
30 la duración de un ciclo de enfriamiento-recalentamiento.



Las temperaturas (T) en grados centígrados son llevadas en ordenadas y los tiempos (t) en minutos en abscisas.

5 La curva (I) de la representación completa del ciclo más largo correspondiente a una compresión de 0,3 bares sobre el nitrógeno líquido y una corriente de 110 voltios para el recalentamiento. Este ciclo es de aproximadamente 60 minutos.

10 La curva (II) da la representación del ciclo más corto correspondiente a una compresión de 0,5 bares y a una corriente de 220 voltios; la duración de este ciclo es sensiblemente de 30 minutos.

15 El consumo de la placa en nitrógeno líquido es independiente de la presión de compresión y es del orden de 1.800 kg de nitrógeno líquido por 100°C de descenso de temperatura.

En el curso de los ensayos precedentes se ha notado que la placa refrigerada licúa parcialmente al aire y que el vaciado de la placa se hace únicamente en nitrógeno gaseoso.

20 La temperatura es muy homogénea en la superficie de la placa tanto en el enfriamiento como en el recalentamiento. Existe un gradiente de temperatura de 1°C máximo entre el centro y la parte externa de la placa.

25 La placa evacúa muy bien las calorías de la resistencia. La diferencia máxima observada entre la temperatura de la resistencia y la de la placa es del orden de 50°C.

30 El funcionamiento del dispositivo según la invención se ha revelado excelente y muy flexible.



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Francia con fecha 20 de Mayo de 1966 bajo el Nº P.V. 62.372, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Dispositivo combinado de congelación y de calefacción, utilizable especialmente en liofilización, constituido por una placa metálica, caracterizado porque esta placa presenta una cavidad interna, destinada a recibir el fluido frigorígeno, parcialmente ocupada por masas metálicas unidas a la cara interna de la parte superior de la placa, regularmente repartidas sobre esta última y en el fluido frigorígeno, mientras que en su cara externa plana está influido un medio de calefacción.

20 2.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque el modo de calefacción es una resistencia eléctrica aislada.

25 3.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque las masas metálicas que delimitan los espacios libres de la cavidad están ahuecadas en su base por canales de distribución del fluido frigorígeno y en su extremo superior por colectores de evacuación del fluido



gaseoso. 4.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque las masas metálicas están constituidas por pantallas, tabiques o varillas.

5 5.- Dispositivo según la reivindicación 4, caracterizado porque el circuito de circulación del fluido frígido está constituido por un tubo de introducción dispuesto en un punto cualquiera de la placa, los canales de distribución del fluido sobre la cara inferior de la cavidad, la cavidad, y los colectores de evacuación de fluido gaseoso
10 que terminan en el exterior de la cavidad.

6.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque las masas metálicas forman partes integrantes de la parte superior de la placa estando su cara interna ahuecada por profundos surcos.

15 7.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque la cara superior de la placa está rectificadada, y el recipiente de metal conductor, de fondo rectificadado, destinado a contener el producto a liofilizar, es mantenido en contacto con dicha cara por una presión mecánica.

20 8.- Dispositivo combinado de congelación y de calefacción, utilizable especialmente en liofilización.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

25 Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

11 JUL 1967

Alberto de Ezaburu

Fig. 1

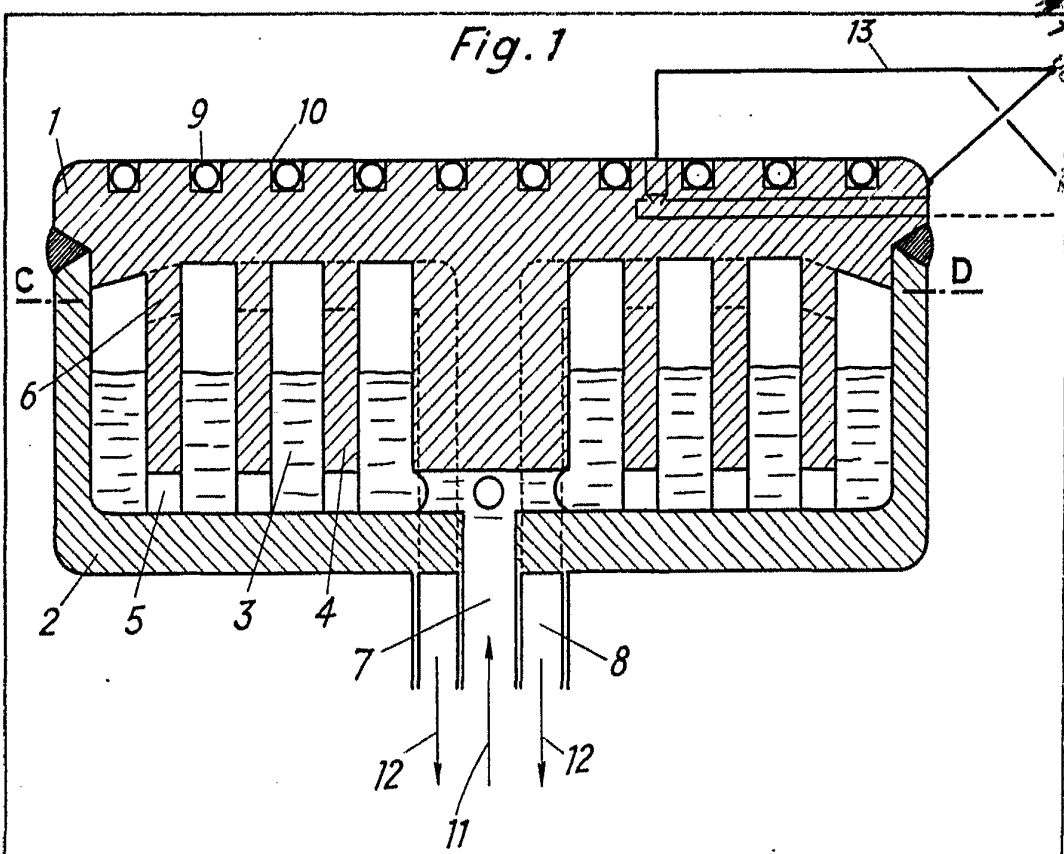
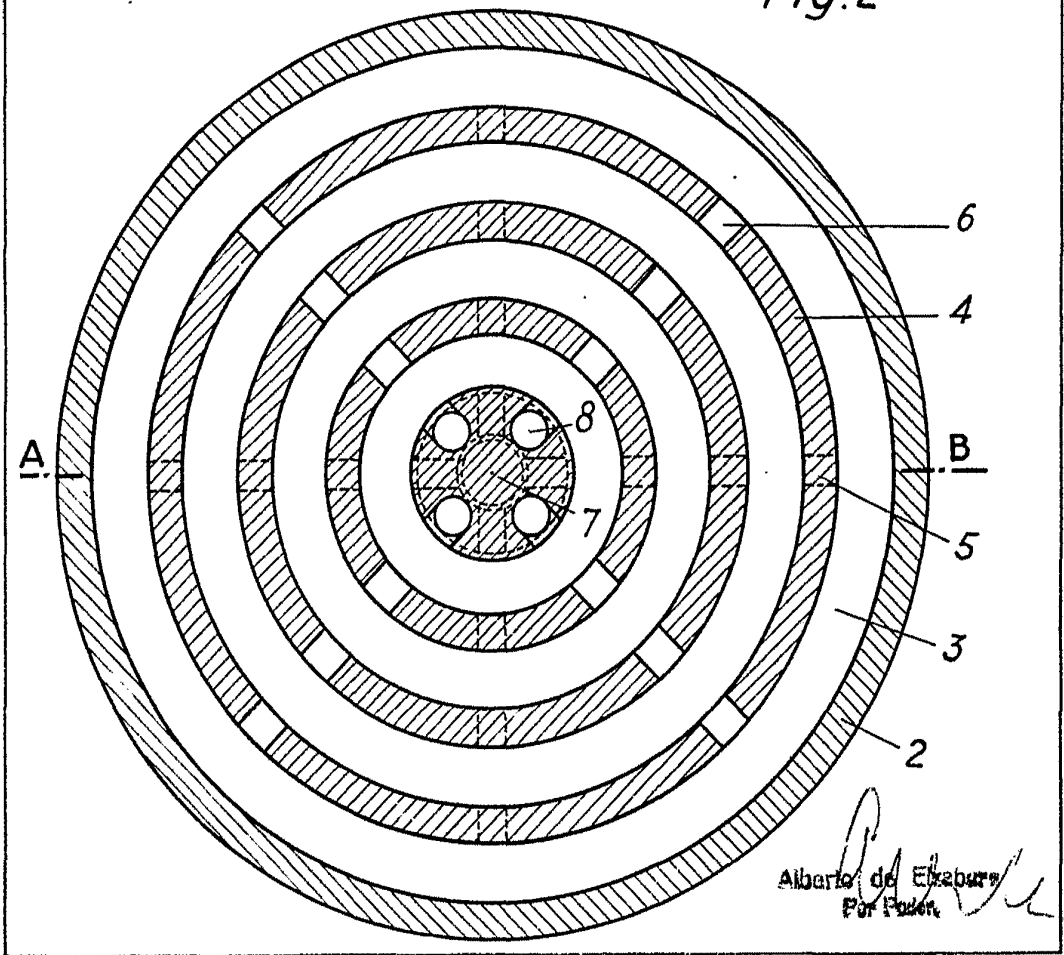


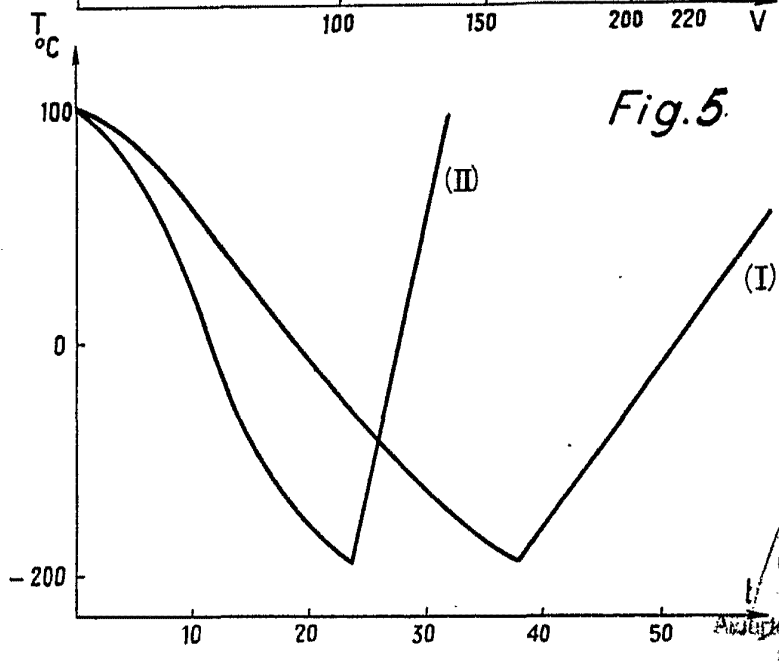
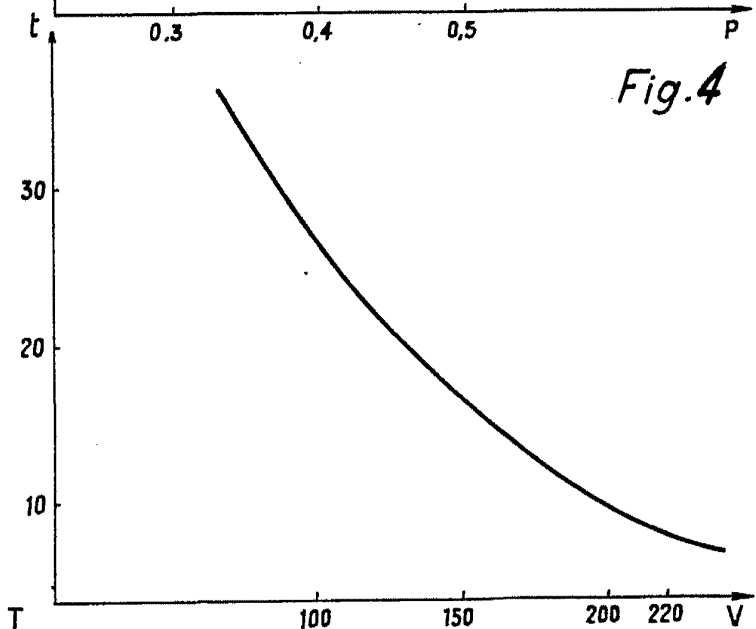
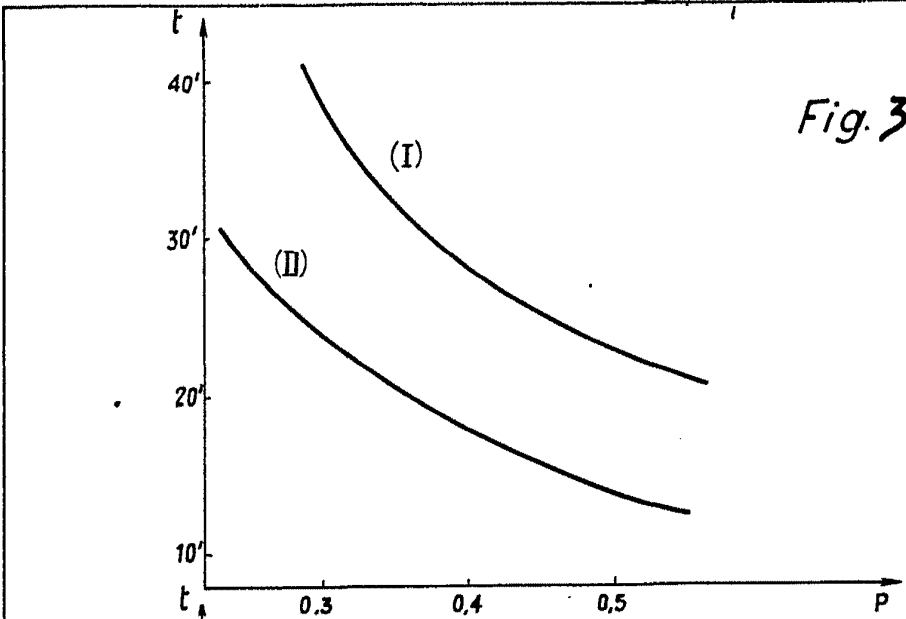
Fig. 2



Alberto de Ezeburu
Por Poder

340731

63-51102



ANEXO de ...
Por ...