

355722

P.- 38.841

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SOCIÉTÉ DES PRODUITS NESTLÉ S.A.

entidad / ~~de nacionalidad~~ suiza

con domicilio en Vevey, Suiza

por: "PROCEDIMIENTO DE SECADO POR ATOMIZACION DE UN LIQUIDO
EN UNA CAMARA DE CONGELACION Y POSTERIOR LIOFILIZACION"
(Clase Internacional B0 1d)



5

El presente invento se refiere al secado por atomización y congelación de diversas sustancias en solución o en suspensión en un líquido, por ejemplo extractos de cualquier clase, jugos de fruta, productos lácteos y sus derivados, productos de fermentación, etc...Se refiere más especialmente, pero no exclusivamente, al secado de extractos de materias vegetales tales como el café y el té.

10

Se conocen procedimientos de secado por atomización y congelación que consisten en dispersar bajo forma de finas gotitas el líquido a secar en la parte superior de un recinto mantenido bajo presión reducida, la cual puede ser del orden de 100 a 500 micras de mercurio por ejemplo. Liberadas en un vacío de tal profundidad, las finas gotitas se congelan durante su caída y, al alcanzar la pared del fondo de dicho recinto habrían de haber pasado del estado líquido al estado sólido. Las partículas congeladas son entonces secadas por sublimación del diluyente al interior de una cámara de liofilización que puede ser contigua a la cámara de congelación o completamente independiente de esta última.

15

20

25

30

En práctica, la puesta en obra de estos procedimientos presenta una dificultad mayor que ha limitado hasta ahora la utilización industrial de esta técnica. En efecto, la formación de finas partículas implica la atomización del líquido bajo una presión relativamente elevada. Resulta de ello un chorro de partículas teniendo al origen una velocidad elevada y, como la trayectoria de estas últimas se desarrolla bajo vacío, ninguna resistencia viene a frenarlas durante su caída en el interior de la cámara de congelación. Por consiguiente, ocurre muy a menudo que las partículas



5 del líquido alcanzan la pared del fondo de dicha cámara
antes de ser lo bastante enfriadas para ser congeladas al
estado sólido. Al chocar, las partículas líquidas o semi-
líquidas se adhieren a esta pared y forman rápidamente
una capa que entorpece el funcionamiento correcto de la
10 instalación y ocasiona pérdidas notables. Para resolver
este problema, se ha procurado alargar la trayectoria de
las partículas en la cámara de congelación, ya sea median-
te un aumento de la altura de esta última, ya sea obligan-
do a dichas partículas a efectuar un desplazamiento suple-
mentario, por ejemplo proyectando el líquido hacia arriba
y recogiendo las gotitas congeladas a la base del recinto.
Estos artificios no han permitido recoger hasta ahora, a
la escala industrial, más que productos secados a partir de
15 líquidos muy diluïdos teniendo un contenido de materias
sólidas que no pasa generalmente de 20% aproximadamente.

Mediante el procedimiento según el invento, se
puede remediar a este inconveniente y se puede efectuar
el secado por atomización y congelación bajo buenas con-
20 diciones de productos líquidos teniendo un contenido de
concentración de materias sólidas que puede alcanzar el
60%. Es notable sobre todo por el hecho de que se atomiza
el líquido a secar en una corriente de un fluido gaseoso
que es introducido simultáneamente en la cámara de con-
25 gelación.

De preferencia, el fluido gaseoso está consti-
tuïdo por vapor de agua. Sin embargo, también se puede
utilizar aire o un gas inerte como por ejemplo el CO₂
gaseoso.

30
24.6.1968

Según una característica del invento, el chorro



de líquido y el chorro de vapor son originarios de la misma boquilla y sus generatrices se cruzan a corta distancia, relativamente, del plano de emisión. De esta manera, el chorro de vapor provoca por una parte una fina dispersión del chorro de líquido e impide su expansión lateral y, por otra parte, permite prevenir la formación de un depósito de materia solidificada sobre el plano de emisión de los chorros. El invento se refiere igualmente a una instalación para la puesta en obra del procedimiento definido más arriba y al producto que permite conseguir.

El dibujo adjunto muestra, a título de ejemplo, una forma de ejecución de dicha instalación.

La fig. 1 representa esquemáticamente la instalación de congelación.

La fig. 2 muestra en corte una parte fuertemente ampliada de una boquilla de atomización.

Tal como se representa en la fig. 1, la instalación comprende una cámara de congelación constituida por un recinto metálico 1, de pared cilíndrica y fondo cónico, dispuesta verticalmente. A título de ejemplo, este recinto tiene una altura de 10 m aproximadamente, siendo el diámetro de 3 m.

La cámara de congelación comprende, en su parte superior, un dispositivo de atomización del líquido a congelar comprendiendo por lo menos una boquilla 2 llamada de "de dos fluidos" y conductos de alimentación 3 y 3ª conduciendo respectivamente la solución a secar y el fluido gaseoso el cual, en la descripción que sigue, está constituido por vapor de agua. En su base, dicha cámara presenta, bajo 4, una tolva en el caso de estar unida a una cámara



de liofilización vecina o una esclusa si esta última es independiente de la cámara de congelación. A pesar de que la cámara de liofilización esté comprendida de manera imperativa en la instalación según el invento, la selección de esta cámara no está limitada a un tipo determinado. Puede funcionar por cargas o en continuo y se puede emplear cualquier dispositivo adecuado para asegurar las principales funciones del aparato de secado, principalmente la condensación de los vapores de sublimación, el calentado y eventualmente el transporte del producto en la cámara, la evacuación del aire, la alimentación del transportador o de las bandejas y la evacuación del producto seco, etc...

La instalación comprende además una batería de condensadores 5 que comunican con la cámara de congelación por conductos 6 desembocando en la parte inferior de esta última. Según sus propias dimensiones y las de dicha cámara, los condensadores pueden contar 2, 4 o 6 unidades repartidas alrededor del recinto 1. Una válvula 7, montada sobre cada uno de los conductos 6, permite aislar y volver a poner en servicio, por turno, uno o varios condensadores durante la operación de descongelación que es ejecutada durante el funcionamiento de la instalación.

Por los conductos 8, los condensadores 5 son igualmente conectados, por grupos o separadamente, a un dispositivo de evacuación 9 que comprende por lo menos una bomba de vacío capaz de mantener, al interior de la cámara de congelación, una presión reducida del orden de 50 a 500 micras de mercurio (presión absoluta). En vista de la naturaleza muy condensable del vapor proyectado por la boquilla 2, las dimensiones del dispositivo de evacuación pueden



ser mantenidas dentro de límites aceptables. Un filtro 10
está montado sobre cada uno de los conductos 8 en vista
de retener las partículas finas arrastradas por la corrien-
te de evacuación y evitar que estas partículas se introduz-
can en la o las bombas de vacío.

5 La congelación hasta el estado sólido de las par-
tículas atomizadas en la parte superior del recinto 1 ha
de ejecutarse en un tiempo relativamente corto. Se ha nota-
do que la congelación de partículas de extracto de café
10 teniendo por ejemplo una concentración comprendida entre
30 y 50% en peso de materia sólida ha de hacerse después
de una caída libre de 0.5 a 1.5 segundos aproximadamente,
mientras que la congelación de un extracto de té teniendo
una concentración análoga reclama 0.5 a 1.0 segundos apro-
ximadamente. Por otra parte, para obtener una buena disper-
152 sión de la solución en la cámara o, en otros términos, la
formación regular de partículas pequeñas, es necesario ato-
mizar el líquido bajo una presión relativamente elevada.
Resulta de ello un chorro de partículas teniendo una velo-
20 cidad elevada y que no encuentran durante su caída ninguna
resistencia notable. El tiempo que transcurre entre el cho-
que sobre la pared del fondo de una cámara de congelación
de altura aceptable es por consiguiente demasiado corto
para que cada una de las partículas pueda pasar del estado
25 líquido al estado sólido.

Según el invento, la solución es atomizada bajo
una presión relativamente floja y el líquido es finamente
dispersado por una corriente de un fluido gaseoso proyec-
tado por la misma boquilla, de preferencia vapor de agua
30 si el producto a secar es un extracto de café o de té por
ejemplo. Tan pronto como haya sido liberado en la cámara
de congelación, el vapor ha de ser considerado como sobre-



calentado. Es proyectado bajo la forma de un chorro anular por ejemplo que rodea al chorro de líquido; las generatrices de los dos chorros se cruzan a corta distancia del plano de emisión y, al chocar el chorro de vapor con el chorro de líquido, este último es dispersado bajo forma de finas partículas que caen hacia la parte inferior del recinto 1 después de una caída de altura suficiente y a una velocidad conveniente para que sean, después de alcanzar la pared del fondo de la cámara de congelación, congeladas al estado sólido.

Si se utiliza el procedimiento para el secado de partículas de una sopa de patatas por ejemplo, cuya concentración está comprendida entre 10 y 15% en peso de materia sólida, la congelación ha de ser ejecutada después de una caída libre que no pase de 8 a 9 metros.

La fig. 2 muestra, a título de ejemplo, la parte terminal de una boquilla de atomización que conviene perfectamente para la puesta en obra del procedimiento según el invento. Comprende un manguito exterior 11 rodeando un surtidor central 12. Este último está alimentado, por el conducto 3, con la solución a secar que es proyectada, bajo la forma de un chorro divergente, por el orificio 13, a una presión de 0.2 a 0.4 kg/cm² por ejemplo si se trata de un extracto de café. El vapor, introducido al interior de la boquilla 2 por el conducto 3^a, ocupa el espacio 14 comprendido entre el manguito 11 y la boquilla 12 y es proyectado, a una presión comprendida entre 0.5 y 2.5 kg/cm², por el orificio anular 15. Tal como representado en el dibujo, los orificios 13 y 15 desembocan sobre el mismo plano horizontal.



5 Según una característica del invento, la genera-
triz del chorro de vapor es vecina de la vertical y encuen-
tra rápidamente la del chorro de líquido. Esta disposición
es particularmente ventajosa pues permite prevenir la ex-
pansión lateral de la zona de dispersión de las partículas
de líquido. En efecto, se nota que en ausencia del efecto
producido por la corriente de vapor, un depósito de materia
congelada se forma rápidamente sobre la superficie terminal
de la boquilla. Un tal depósito ocasiona perturbaciones en
10 la atomización de la solución y tiende a provocar una dis-
persión irregular de las partículas. La limpieza de la bo-
quilla necesita paradas frecuentes de la instalación, lo
que ocasiona pérdidas notables y un producto de calidad
irregular.

15 Con el fin de evitar que las partículas del pro-
ducto que no serán sino parcialmente congeladas se adhieran
a la pared interna del recinto 1, ésta última puede ser re-
vestida de una pantalla amovible, flexible y permeable (no
representada en el dibujo), por ejemplo una muselina de ni-
20 lon. Esta pantalla sería capaz de asegurar la limpieza de
dicha pared y retener frente a la embocadura de los conduc-
tos 6, las partículas finas arrastradas por la corriente
de los vapores dirigidos hacia los condensadores. A inter-
valos regulares, la pantalla antes mencionada podría ser
25 sacudida con el fin de liberar las partículas retenidas en
sus mallas.

30 Para la puesta en obra del procedimiento, el pe-
rito ha de tener en cuenta tres factores importantes para
determinar las mejores condiciones de ejecución de la ope-
ración de congelación, o sea la presión absoluta reinante



en la cámara de congelación, el contenido de concentración de la solución a secar y la temperatura de esta última.

5 La presión absoluta, medida en micras de mercurio, ha de ser mantenida por debajo de la presión de vapor del eutéctico presente en la solución, congelando a la temperatura la más baja posible. Para una solución acuosa conteniendo de 30 a 50% de sólidos solubles del café tostado por ejemplo, la presión es mantenida, de preferencia, entre 100 y 150 micras de mercurio aproximadamente. Bajo estas condiciones, los condensadores han de ser mantenidos a una temperatura comprendida entre -55 y -60°C.

10 Por otra parte, se ha notado que la atomización de soluciones acuosas de floja concentración de sólidos solubles de café o té mantenidas a temperatura elevada tienden a producir partículas de densidad floja. Se ha notado igualmente que el color de los productos de densidad floja es más claro.

15 En vista de regular la densidad del producto final, más especialmente los extractos de café y de té, una pequeña cantidad de un gas no condensable tal como el N_2 , el SO_2 y el CO_2 puede ser insuflada en la solución pero, en general, esta medida ha de ser considerada como un artificio excepcional.

20 La sublimación del diluyente congelado contenido en la solución a secar empieza durante la estancia de las partículas sólidas al interior de la cámara de congelación y la corriente de los vapores de sublimación, a la cual se añaden los vapores de ebullición, es dirigida hacia los condensadores. Según el procedimiento, la sublimación completa del diluyente se acaba en una cámara de liofili-



3 J

52

zación hasta obtener un producto seco. Si la cámara de liofilización es vecina de la cámara de congelación, ciertos elementos tales como la batería de condensadores 5 y el dispositivo de evacuación 9 por ejemplo pueden ser comunes a las dos cámaras mencionadas.

10

El procedimiento y la instalación que acaban de ser descritos convienen especialmente para el secado por atomización y congelación de sustancias delicadas tales como extractos aromáticos, la leche y sus derivados, jugos de fruta, etc... Permiten sobre todo secar bajo excelentes condiciones extractos de café y de té a partir de soluciones acuosas de un contenido de materia sólida comprendido entre 20 y 60%.

15

El procedimiento y la instalación descritos más arriba pueden ser utilizados igualmente para el secado por atomización y congelación de productos tales como potajes instantáneos, suspensiones de materias vegetales tales como legumbres, hortalizas, cereales, productos biológicos, productos de fermentación, etc...

20

Los ejemplos que siguen ilustran el procedimiento según el invento, el cual sin embargo no está limitado a las condiciones en ellos expuestas.

Ejemplo 1

25

Una solución acuosa conteniendo 45% de sólidos solubles del café tostado es precalentada a una temperatura de 60°C aproximadamente y después atomizada al interior de una cámara de congelación mediante una boquilla "de dos fluídos" de la marca Spraying Systems No. 60.100. La boquilla está situada a una distancia de 0.760 m. de la cima y 10 m. del fondo de dicha cámara, la cual tiene un diáme-

30



tro de 3 m aproximadamente. La solución de café llega a la boquilla bajo una presión de 0.35 kg/cm², la presión del vapor es de 2.1 kg/cm² aproximadamente y la cámara es mantenida bajo una presión reducida absoluta de 100 micras de mercurio. La atomización en la corriente de vapor produce partículas líquidas o glóbulos de un diámetro comprendido entre 50 y 300 micras. Estas partículas son congeladas al estado sólido cuando alcanzan el fondo de la cámara de congelación y son evacuadas de esta última por una esclusa conveniente. El producto congelado es recogido en recipientes colocados al interior de una cámara fría. Después es repartido sobre bandejas de una cámara de liofilización funcionando por cargas sucesivas para la operación de secado, al final de la cual se obtiene un extracto de café liofilizado de color marrón oscuro y de un peso específico de 190 g. por litro.

Ejemplo 2

Se diluye un extracto acuoso concentrado comprendiendo 65% de materias sólidas del té con un destilado aromático extraído de hojas de té hasta obtener una solución teniendo un contenido de sólidos solubles del 43%. Esta solución es precalentada a 55°C aproximadamente y después atomizada al interior de la cámara de congelación descrita en el ejemplo 1 mediante una boquilla "de dos fluidos" de la marca Spraying Systems No. 60.100. La solución de té llega a la boquilla bajo una presión de 0.21 kg/cm², la presión del vapor es de 0.7 kg/cm² y la cámara es mantenida bajo una presión reducida absoluta de 180 micras de mercurio.

Una concentración floja de CO₂ gaseosa es insu-



5 flada en la solución de extracto en vista de ajustar la densidad del producto final. Las partículas producidas por la atomización son congeladas al estado sólido cuando alcanzan, después de una caída de 10 m aproximadamente, el fondo de la cámara de congelación. Son recogidas en una tolva montada en el fondo de esta última cámara y distribuidas automáticamente sobre un transportador instalado en el interior de una cámara de criodesecación funcionando en continuo y vecina de la cámara de congelación. Mediante sublimación del diluyente congelado, el producto llega a la extremidad del transportador bajo forma de un extracto de té liofilizado teniendo un contenido de humedad del 3% aproximadamente. Mediante un dispositivo de evacuación o esclusa, el extracto seco es recogido y acondicionado en recipientes convenientes. El producto posee un color atractivo y ofrece, después de la reconstitución, un sabor y un aroma superiores a los de un extracto clásico secado por un procedimiento clásico de atomización a temperatura elevada.

Ejemplo 3

Una sopa de patatas conteniendo 12.5 % de materia sólida es precalentada a 33°C y después atomizada al interior de una cámara de congelación mediante una boquilla "de dos fluidos" (Spraying Systems, suction type, No.2850). El líquido llega a la boquilla bajo una presión de 7.7 kg/cm²; es atomizado en una corriente de aire proyectada simultáneamente por la misma boquilla al interior de dicha cámara bajo una presión de 2.1 kg/cm². La boquilla está colocada a 0.76 m de la cima de la cámara de congelación, la cual tiene una altura de 10 m aproximadamente y un diámetro de 3 m.



La presión reducida absoluta mantenida en esta cámara de congelación es de 150 micras de mercurio.

5 Las partículas son congeladas al estado sólido cuando alcanzan el fondo de la cámara y son evacuadas de esta última por una esclusa conveniente. El producto congelado es recogido en recipientes colocados al interior de una cámara fría y después repartido sobre bandejas de una cámara de liofilización funcionando por cargas sucesivas para la operación del secado.

10 Se obtiene finalmente un producto liofilizado teniendo un contenido de humedad del 4.98% y un peso específico de 167 g. por litro. Después de la reconstitución con agua, este producto forma una sopa de patatas de sabor agradable.

15 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Suiza, con fecha 6 de Julio de 1.967, Nº 9569/67 y 9 de Octubre de 1.967, No. 14068/67, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20 REIVINDICACIONES

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

30 1.- Procedimiento de secado, el cual consiste en atomizar un líquido en una cámara de congelación mantenida bajo presión reducida para formar partículas congeladas que son después secadas por liofilización, caracterizado por el



hecho de que se atomiza dicho líquido en una corriente de un fluido gaseoso, introducido simultáneamente en la cámara de congelación.

5

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el fluido gaseoso está constituido por vapor de agua.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el fluido gaseoso está constituido por aire.

10

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el fluido está constituido por un gas inerte.

15

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se emite por lo menos un chorro de líquido y por lo menos un chorro de un fluido gaseoso mediante una sola boquilla de atomización.

20

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 5, caracterizado por el hecho de que se emite un chorro de líquido y un chorro de un fluido gaseoso cuyas generatrices se cruzan a corta distancia del plano de emisión, el choque del chorro de gas sobre el chorro de líquido provocando una dispersión fina y regular del líquido en la cámara de congelación.

25

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 5, caracterizado por el hecho de que se emite alrededor de un chorro de líquido divergente un chorro de fluido gaseoso de sección anular cuya generatriz cruza rápidamente la del chorro de líquido, la corriente que resulta del chorro de gas permitiendo limitar la expansión lateral de la zona de dispersión de las partículas de líquido.

30

2 OCT. 1968



8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se atomiza en la parte superior de la cámara de congelación una suspensión acuosa de materia vegetal.

5 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se atomiza en la parte superior de la cámara de congelación una solución conteniendo de 15 a 60% de materia sólida.

102 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 8 y 9, caracterizado por el hecho de que se atomiza en la parte superior de la cámara de congelación una solución acuosa conteniendo de 20 a 60% de sólidos solubles del café tostado.

15 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 8 y 9, caracterizado por el hecho de que se atomiza en la parte superior de la cámara de congelación una solución acuosa conteniendo de 20 a 60% de sólidos solubles del té.

20 12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 8, caracterizado por el hecho de que dicha materia vegetal es una legumbre, una hortaliza o una cereal.

13.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 8 y 12, caracterizado por el hecho de que dicha suspensión contiene por lo menos 10% de materia sólida.

25 14.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se atomiza una solución conteniendo del 15 al 60% de materia sólida al interior de una cámara de congelación mantenida bajo una presión reducida absoluta comprendida entre 50 y 500 micras de mercurio.

30 15.- Instalación de secado para la realización

27.9.69

2 OCT.



5 del procedimiento según la reivindicación 1 comprendiendo
especialmente una cámara de congelación, medios para man-
tener una presión reducida al interior de la cámara de
congelación, un dispositivo para la atomización de un lí-
quido dentro de dicha cámara, medios para condensar los
vapores presentes en dicha cámara y por lo menos una cáma-
ra de liofilización, caracterizada por el hecho de que
comprende un dispositivo destinado a difundir, conjunta-
mente con la atomización del líquido, una corriente de
10 un fluido gaseoso en la cámara de congelación.

15 16.- Instalación según la reivindicación 15, ca-
racterizada por el hecho de que comprende un dispositivo
destinado a difundir, conjuntamente con la atomización
del líquido, una corriente de vapor dentro de la cámara de
congelación.

20 17.- Instalación según la reivindicación 15,
caracterizada por el hecho de que comprende por lo menos
una boquilla de atomización provista de dos orificios,
uno de los cuales está destinado a la proyección del lí-
quido y el otro a la proyección de un chorro de un fluido
gaseoso.

25 18.- Instalación según las reivindicaciones 15
y 17, caracterizado por el hecho de que el orificio de
proyección del chorro de fluido gaseoso está formado por
una abertura anular rodeando el orificio de proyección
del chorro de líquido.

30 19.- Instalación según las reivindicaciones 15
y 17, caracterizada por el hecho de que los orificios de
proyección de los chorros de gas y de líquido desembocan
sobre un mismo plano.

2 OCT 1968



5 20.- Instalación según las reivindicaciones 15 y 17, caracterizada por el hecho de que dicha boquilla está colocada de tal manera que las generatrices de los chorros de gas y de líquido se cruzan a una distancia relativamente pequeña del plano de emisión.

21.- Instalación según la reivindicación 15, caracterizada por el hecho de que la cámara de congelación está unida a dos condensadores por lo menos, situados al exterior de dicha cámara.

10 22.- Instalación según la reivindicación 15, caracterizada por el hecho de que comprende por lo menos una cámara de liofilización vecina de la cámara de congelación.

15 23.- Instalación según la reivindicación 15, caracterizada por el hecho de que comprende una cámara de congelación provista de una esclusa para la evacuación del producto congelado, una cámara fría en la cual este último es recogido y una cámara de liofilización independiente de la cámara de congelación.

20 24.- Instalación según la reivindicación 15, caracterizada por el hecho de que comprende por lo menos un filtro montado entre los condensadores y la bomba de vacío.

25 25.- Instalación según la reivindicación 15, caracterizada por el hecho de que comprende válvulas que permiten el aislamiento de cada uno de los condensadores de la cámara de congelación.

30 26.- Instalación según la reivindicación 15, caracterizada por el hecho de que comprende una pantalla amovible, flexible y permeable destinada a revestir todo



o parte de la pared interior de la cámara de congelación.

27.- Procedimiento de secado por atomización de un líquido en una cámara de congelación y posterior liofilización.

5

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

2 OCT. 1969

10

Madrid,

P.A.

Alberto de Elzaburu

Por Poder

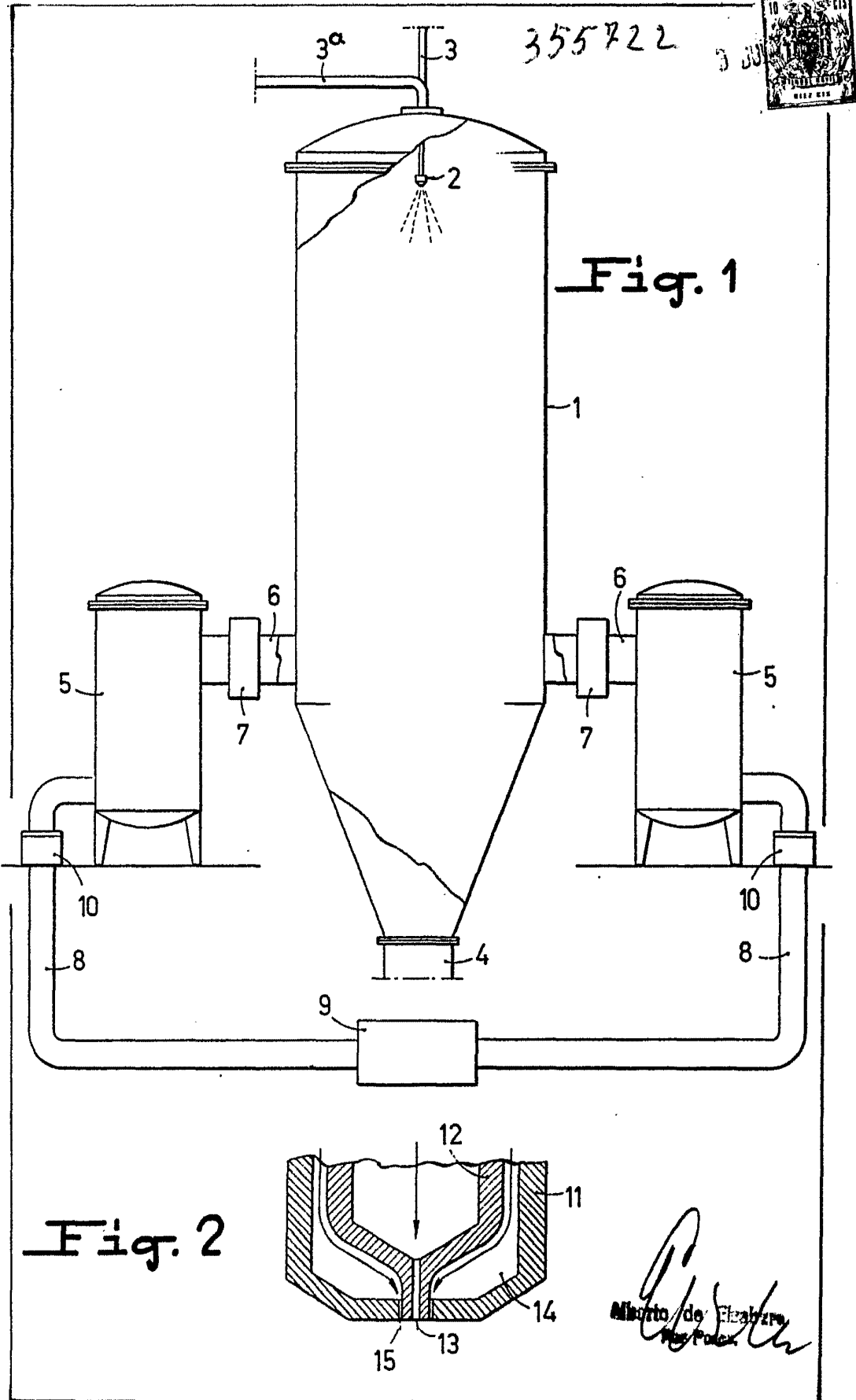


Fig. 1

Fig. 2

Alberto de Frazzera
Milano